

TREBALL FI DE GRAU

Grau en Enginyeria de Materials

**AVALUACIÓ DE L'EFECTE DEL LAMINAT EN L'ANISOTROPIA
DELS ACERS INOXIDABLES DÚPLEX MITJANÇANT ASSAIGS
MICROMÈTRICS**



Memòria i Annexos

Autor:	Irene Galindo Rodríguez
Director:	Gemma Fargas Ribas
Co-Director:	Joan Josep Roa Rovira
Ponent:	-
Convocatòria:	Octubre 2018

Resum

Els acers inoxidables dúplex posseeixen una microestructura bifàsica composta de ferrita i austenita. Degut a la les bones propietats mecàniques i la alta resistència a la corrosió que presenta, provoca un gran interès industrial.

Durant el procés de fabricació d'aquests acers, es duen a terme successives etapes de laminat que provoquen una determinada textura en la direcció de laminació, fet que afecta directament a les propietats mecàniques del material i dificulta predir el seu comportament en servei.

La necessitat de caracteritzar les propietats mecàniques a nivell local ha motivat el desenvolupament d'equips d'elevada precisió, tal com la tècnica de nanoindentació instrumentada entre d'altres, les quals permeten determinar el mòdul d'elasticitat i la duresa en funció de la profunditat d'indentació.

En aquest Treball de Final de Grau (TFG), es pretén avaluar, mitjançant assaigs nanomètrics, la duresa i el mòdul elàstic de cadascuna de les fases per separat i en funció de la orientació cristal·lina, d'una mostra d'acer inoxidable dúplex la qual s'ha conformat amb una laminació en calent seguit d'un procés de recuit.

S'ha pogut observar una clara textura en la fase ferrita, la qual els grans estan majoritàriament orientats en el pla {001}. En el cas de l'austenita, no s'ha observat cap orientació cristal·lina preferencial. S'ha determinat els valors de dureses i dels mòduls elàstic per a cadascuna de les fases i s'ha pogut observar l'efecte de l'orientació cristal·lina en la duresa.

Resumen

Los aceros inoxidables dúplex poseen una microestructura bifásica compuesta por ferrita y austenita. Debido a sus buenas propiedades mecánicas y a la alta resistencia a la corrosión que presenta, provoca un gran interés industrial.

Durante el proceso de fabricación de estos aceros, se llevan a cabo sucesivas etapas de laminado que provocan una determinada textura en la dirección de laminación, hecho que afecta directamente a las propiedades mecánicas del material y dificulta predecir su comportamiento en servicio.

La necesidad de caracterizar las propiedades mecánicas a nivel local ha motivado el desarrollo de equipos con una elevada precisión, tales como la técnica de nanoindentación instrumentada entre otros. Dicha técnica permite determinar el módulo de elasticidad y la dureza en función de la profundidad de indentación.

En este trabajo de final de grado (TFG), se pretende evaluar la dureza y el módulo elástico de cada una de las fases por separado y en función de la orientación cristalina de una muestra de acero inoxidable dúplex, la cual ha sido conformada mediante un proceso de laminación en caliente seguido de un recocido.

Se ha podido observar una clara textura en la fase ferrita, la cual los granos están mayoritariamente orientados en el plano $\{001\}$. En el caso contrario, no se ha observado ninguna orientación cristalina preferencial en la austenita. Se ha determinado los valores de dureza y de módulo elástico para cada una de las fases y se ha podido observar el efecto de la orientación cristalina en la dureza.

Abstract

Duplex stainless steels have a biphasic microstructure composed by ferrite and austenite. Due to the good mechanical properties and the high corrosion resistance, this material can offer a wide range of industrial applications.

During the manufacturing process of this material, successive laminate stages are carried out, which causes a certain texture in the lamination direction, which affects the mechanical properties of the material and makes it difficult to predict its behaviour in service.

The need to characterize the mechanical properties at local scales has motivated the development of accurate and precise technologies, like the instrumented nanoindentation technique which can measure the elastic modulus and the hardness as a function of the indentation depth.

The main goal of this Bachelor's final project is to evaluate the hardness and the elastic modulus for each constitutive phase as well as to study the mechanical properties as a function of the crystal orientation. The sample investigated here was hot rolled and annealed.

It has been observed the presence of a strong texture in a ferritic phase, which the mostly grains in this phase are oriented in the $\{001\}$ plane. On the other hand, in austenitic phase has not been observed any preferential crystalline orientation. It has been determined the value of hardness and elastic modulus for each phase and it has been observed the effect of crystalline orientation in hardness.



Agraïments

Agraeixo en primer lloc a la meva directora del TFG Gemma Fargas, per l'oportunitat de realitzar aquest treball i guiar-me en el desenvolupament del mateix. Agraeixo també al codirector Joan Josep Roa per guiar-me també en el desenvolupament del TFG així com l'ajuda que m'ha aportat amb la seva aportació de coneixements en el camp.

També m'agradaria agrair a l'estudiant de doctorant Hossein Besharatloo pel temps dedicat en mi.

Agrair també a la col·laboració que s'ha produït amb Alemanya per la realització d'aquest treball i l'ajut realitzat.

Finalment vull agrair amb meus pares i al meu germà la confiança i el suport incondicional que han tingut amb mi al llarg de tots aquests anys, així com l'ajuda, paciència i la dedicació rebuda al llarg de tota la vida. Moltes gràcies.



Glossari

EBSD: *Electron Backscatter Diffraction (difracció d'electrons retrodispersats)*

BCC: *Body Centered Cubic (cúbica centrada en el cos)*

FCC: *Face Centered Cubic (cúbica centrada en les cares)*

BCT: *Body Centered Tetragonal (tetragonal centrada en el cos)*

VOD: *Vacuum Oxygen Descarburation (descarburació per oxigen al buit)*

AOD: *Argon Oxygen Descarburation (descarburació per oxigen i argó)*

IIT: *Instrumented Indentation Testing (assaig d'indentació instrumentada)*

CDF: *Cumulative Distribution Function (funció de distribució acumulativa)*

RI: *Recuit industrial*

SEM: *Scanning Electron Microscopy (microscòpia electrònica de rastreig)*

PM: *Phase Map (mapa de fase)*

QI: *Quality Image (imatge de qualitat)*

EBSP: *Electron Backscatter Patterns (Patró d'electrons retrodispersats)*

IPF: *Inverse Pole Figure (figura de pol invers)*

KAM: *Kernel Average Misorientation map (Mapa de desorientació mitjana del nucli)*

AFM: *Atomic Force Microscope (Microscòpia de forces atòmiques)*

OP: *Orientation Parameter (paràmetre d'orientació)*

H: *hardness (Duresa)*

E: *elastic modulus (Mòdul d'elasticitat)*

P: *applied load (Càrrega)*

A: *Àrea*

σ : *stress (Tensió)*

ϵ : *strain (Deformació)*

h: *displacement into Surface (Deplaçament)*

S: *Stiffness (Rigidesa)*

β : *Paràmetre de geometria de l'indentador*

ν : *coeficient de Poisson*

ϵ : *Constant geomètrica de l'indentador*

C_1, C_2, \dots, C_8 : *Constants que descriuen la desviació de la geometria Berkovich*

φ_1, Φ y φ_2 : *Angles d'Euler*



Índex

RESUM	I
RESUMEN	II
ABSTRACT	III
AGRAÏMENTS	V
GLOSSARI	VII
INTRODUCCIÓ	11
1.1. Objectius del treball	11
1.2. Abast del treball	12
2. MARC TEÒRIC	13
2.1. Anisotropia dels materials	13
2.2. Acers	14
2.2.1. Acers inoxidable	16
2.2.2. Acers inoxidable dúplex	18
2.3. Nanoindentació	25
2.3.1. Mètode: procés i funcionament	25
2.3.2. Avantatges e inconvenients	29
2.3.3. Indentació massiva	30
3. PROCEDIMENT EXPERIMENTAL	32
3.1. Material	32
3.1.1. Origen de la mostra	32
3.1.2. Preparació de la mostra	32
3.2. Caracterització microestructural	35
3.2.1. Difracció d'electrons retrodispersats (EBSD)	35
3.3. Caracterització mecànica	37
3.3.1. Massive indentation	37
3.3.2. Mètode estadístic	40
3.4. Deformació plàstica	43
3.4.1. Microscòpia de forcs atòmiques (AFM)	43
3.5. Anisotropia mecànica degut a l'orientació cristal·lina	43

4. RESULTATS I DISCUSIÓ	45
4.1. Caracterització microestructural.....	45
4.1.1. Difracció d'electrons retrodispersats (EBSD).....	45
4.2. Caracterització mecànica.....	51
4.2.1. Duresa	51
4.2.2. Mòdul elàstic.....	54
4.2.3. Dislocacions.....	56
4.2.4. Anisotropia mecànica degut a l'orientació cristal·lina	57
ANÀLISI DE L'IMPACTE AMBIENTAL	60
CONCLUSIONS	61
PRESSUPOST I/O ANÀLISI ECONÒMICA	63

INTRODUCCIÓ

En aquest treball s'estudiarà el comportament dels acers inoxidables dúplex, aquests presenten la peculiaritat de posseir una microestructura bifàsica formada per austenita i ferrita. Una microestructura bifàsica permet beneficiar-se de les propietats de cadascuna de les fases, ara bé, aquests acers es solen fabricar mitjançant processos de laminació provocant que la seva microestructura esdevingui anisòtropa al alinear-se segons la direcció del procés de laminació.

Gràcies al perfeccionament de les tècniques per caracteritzar els materials, avui en dia és possible saber amb una resolució de pocs nanòmetres quines són les propietats físiques, mecàniques i estructurals d'un material. El fet de poder disposar de tota aquesta informació és un gran avanç tant per la indústria, ja que permet saber amb exactitud el comportament del material en múltiples escenaris, com per la investigació, ja que aquestes tècniques a més d'ajudar a preveure quin serà el comportament d'un material, ens permetrà entendre el perquè i ens ajudarà a assolir nous coneixements.

La tècnica que s'utilitza en aquest treball de final de grau (TFG) per estudiar les propietats de l'acer inoxidable dúplex, consisteix en la tècnica de nanoindentació. Aquesta tècnica ens permet conèixer amb molta precisió les propietats del material sense haver d'utilitzar un gran nombre de provetes, la qual cosa implica un estalvi econòmic important si es compara amb altres tècniques més convencionals.

Aquest TFG és la continuació d'un altre^[39] el qual es va centrar en estudiar la caracterització i les propietats mecàniques de l'acer inoxidable dúplex després de realitzar un procés de laminat en calent. En aquest estudi es pretén conèixer la caracterització i les propietats mecàniques del mateix acer després d'un procés de laminat seguit d'un tractament de recuit, alhora també observar quines són les diferències entre ambdós i quins són els mecanismes plàstics de deformació activats.

1.1. Objectius del treball

En aquest TFG, l'objectiu principal és avaluar l'anisotropia d'una mostra d'acer inoxidable dúplex després de realitzar un procés de laminat en calent més un recuit posterior. Es tractarà una mostra proporcionada per la Universitat Politècnica de Catalunya (UPC) a través de la qual es farà una caracterització de la seva microestructura i de les seves propietats a escala nanomètrica per entendre el comportament mecànic. Mitjançant assaigs nanomètrics s'avaluarà la duresa i el mòdul elàstic de cadascuna de les fases per separat i en funció de la orientació cristal·lina.

Per assolir l'objectiu principal es marquen tot un seguit d'objectius secundaris. Aquests objectius es basen en la realització d'un bon procés de polit per tal de realitzar una bona tècnica de microscòpia de rastreig, amb la qual es caracteritzarà la microestructura, estudiant la mida de gra i la seva morfologia així com l'orientació cristal·lina preferencial. Alhora també es vol obtenir la profunditat òptima d'indentació per realitzar un procés òptim d'indentacions massives, amb el qual es realitzarà la caracterització mecànica. D'aquesta forma es podrà avaluar l'anisotropia de la mostra.

Per últim, també es pretén assolir tots els coneixements que s'han estudiat gràcies a que aquest treball utilitza mètodes, tècniques i coneixences estudiades al llarg del grau, formant així un treball complet i de qualitat.

1.2. Abast del treball

El present treball s'emmarca dins de l'àmbit de la ciència i tecnologia dels materials i els mètodes utilitzats seran els adquirits durant el grau en Enginyeria de Materials.

Per a poder assolir amb els objectius marcats es realitzarà un estudi microestructural, el qual consistirà en buscar si existeix alguna influència evident de la direcció en que ha estat laminat l'acer de la mostra sobre la seva microestructura. Mitjançant una matriu de nanoindentacions, s'obtingueran les propietats mecàniques a nivell local (duresa i mòdul d'elasticitat), que quedaran compreses en una àrea de dimensions inapreciables a ull humà. Posteriorment es procedirà a relacionar les propietats mecàniques obtingudes amb els constituents principals de l'acer dúplex (austenita i ferrita) i amb les diferents orientacions cristal·lines dels grans de la mostra.

Per tal de caracteritzar la microestructura de la mostra a la regió d'interès serà necessari emprar la tècnica de difracció d'electrons retrodispersats, EBSD (Electron Backscatter Diffraction).

Per a poder arribar a un públic divers i que el tema tractat es pugui entendre d'una forma clara, abans d'explicar la part pràctica i de tractament de dades, es presentarà el marc teòric del treball, la qual cosa permetrà entendre el que s'explica sense necessitat de coneixements específics.

2. MARC TEÒRIC

2.1. Anisotropia dels materials

Els materials es poden definir com a materials anisòtrops o isotròpics. En alguns materials, les seves propietats físiques com ara el mòdul elàstic, la conductivitat elèctrica o tèrmica, l'índex de refracció o la elasticitat poden variar en funció de la direcció en la qual són examinats. Aquesta direccionalitat de les propietats és el que es defineix com la anisotropia i està relacionada amb la variació de la distància atòmica o iònica segons la direcció cristal·logràfica^[1]. Pel contrari, els materials isotròpics són aquells materials els quals la direccionalitat de les propietats no varien en funció de la direcció en la qual s'observa el material.

L'anisotropia és major en estructures cristal·lines asimètriques que en aquells que són simètriques.

Mentre que els materials monocristal·lins són essencialment anisòtrops, en materials policristal·lins l'orientació cristal·logràfica dels seus grans està lligada a l'atzar, encara que els seus grans siguin anisòtrops, la proveta, que es compon d'un conjunt de grans es comporta de forma isotòpica. Aquest fenomen se'l coneix com isotropia per compensació^[1].

D'una banda, quan un material monocristal·lí es sotmet a un esforç de compressió o tracció fins arribar a causar deformació plàstica, els seus grans es reorienten respecte l'eix d'esforç buscant determinades orientacions. Per altre banda, en el cas d'un material policristal·lí, cadascun dels seus grans no deixa de ser un monocristall i quan aquests són sotmesos al mateix esforç que en el cas anterior, aquests es reorientaran sota l'esforç aplicat. Això vol dir que quan un material monocristal·lí es deforma plàsticament, aquest adquireix una textura degut a que els grans adopten orientacions preferencials i a més la seva geometria varia allargant-se segons l'eix de deformació, per tant esdevindrà un material anisòtrop^[1], tal i com es mostra a la **Figura 1**.

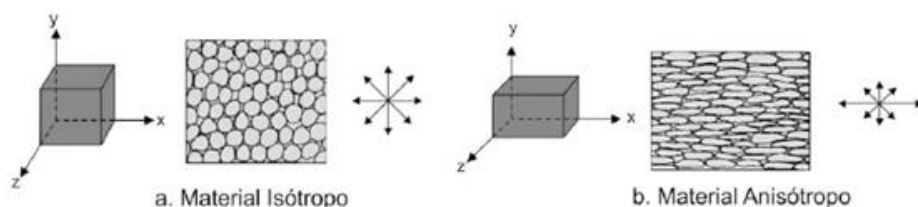


Figura 1. Representació gràfica de l'anisotropia^[2].

2.2. Acers

Els acers juntament amb les foses són un dels materials estructurals per excel·lència en totes les cultures tecnològicament avançades. Aquest està molt present en la nostra vida quotidiana com per exemple en eines, elements de màquines i mecanismes, estructures d'edificis, etc. Això es degut a diversos factors dels quals es destaca: l'abundància de compostos fèrrics a l'escorça terrestre, la seva fabricació relativament econòmica i la seva gran versatilitat ja que poden adquirir diferents propietats físiques i mecàniques en funció del seu ús ^[1].

Durant milers d'anys, els humans han estat perfeccionant les tècniques per extraure i treballar el ferro, la qual es coneix com a siderúrgia. Tot i que no va ser fins a finals del segle XIX que l'acer no es va començar a produir a gran escala.

Els acers són aliatges de ferro-carboni amb concentracions apreciables d'altres elements aliats. Existeixen infinits acers amb diferents composicions i diferents tractaments tèrmics. Les propietats mecàniques depenen del contingut de carboni. El sistema ferro-carboni és el sistema d'aliatges binari més important.

Segons el percentatge de ferro-carboni, la microestructura de l'acer presentarà unes fases o unes altres. En la **Figura 2**, es mostra el diagrama de fases Fe-Fe₃C (ferro i cementita).

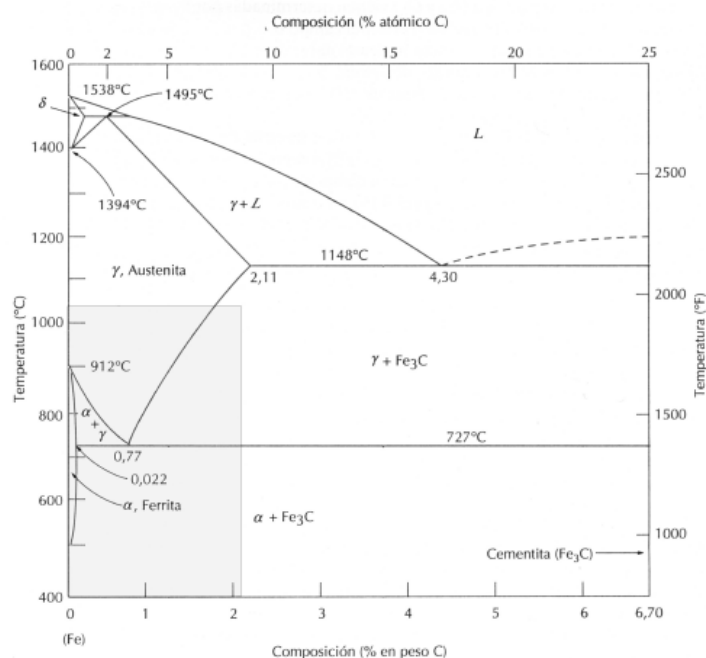


Figura 2. Diagrama de fases Fe-Fe₃C ^[1].

Es consideren acers tots aquells aliatges amb un contingut en massa d'entre el 0,02 i el 2,11 % de carboni, ja que amb menys del 0,02 % de carboni es considera ferro i amb més del 2,11 % es considera fosa.

Les fases que podem diferenciar al diagrama Fe-Fe₃C són les següents ^[1]:

- **Ferrita o ferro alfa (α).** Estructura BCC (cúbica centrada en el cos). És la forma estable a temperatura ambient i existeix fins a una temperatura de 910 °C. La ferrita és tova i dúctil quan és pura. Només pot dissoldre un 0,02 % de C a 727 °C y 0,008 % de C a temperatura ambient. Presenta propietats magnètiques per sota dels 770 °C, però no és magnètica entre els 770 i els 912 °C. No acostuma a formar macles. A la **Figura 3 (a)** es pot observar la seva microestructura.
- **Ferrita o ferro delta (δ).** Igual que la ferrita α té estructura BCC, la única diferència és que el seu rang de temperatures va des de 1394 °C a la temperatura de fusió (1536 °C).
- **Austenita o ferro gamma (γ).** Estructura cristal·lina FCC (cúbica centrada en les cares). Transformació polimòrfica de la ferrita a 912 °C que persisteix fins a 1394 °C. La austenita pot dissoldre majors continguts de carboni que la ferrita, fins un 2 % a 1146 °C. La austenita també és relativament tova i dúctil. A la **Figura 3 (b)** es pot observar la seva microestructura.
- **Cementita o Fe₃C (carbur de ferro).** Es tracta d'un compost molt dur i fràgil. Amb un 6,67 % de contingut en carboni. La seva presència augmenta la resistència d'alguns acers.
- **Perlita.** És una mescla de dues fases (bifàsica), ferrita i cementita, col·locades en plaques alternativament. Es forma com a resultat d'una transformació eutectoide de l'austenita. Conté un 0,77 % de contingut en carboni i és molt dura i resistent.
- **Martensita.** Una fase la qual s'obté quan un acer austenític es refreda ràpidament fins a la temperatura ambient (tractament tèrmic dels acers el qual se'l coneix com a tremp). La seva estructura cristal·lina passa de ser FCC a BCT (tetragonal centrada en el cos). La martensita és molt dura, poc dúctil, poc tenaç i molt fràgil.
- **Bainita.** Igual que la perlita és una estructura bifàsica que pot formar-se en acers al carboni amb un tremp fins a uns 400 – 500 °C seguit d'un manteniment d'aquesta temperatura. La transformació bainítica és deguda a la precipitació de carburs en una fina configuració d'agulles de ferrita.

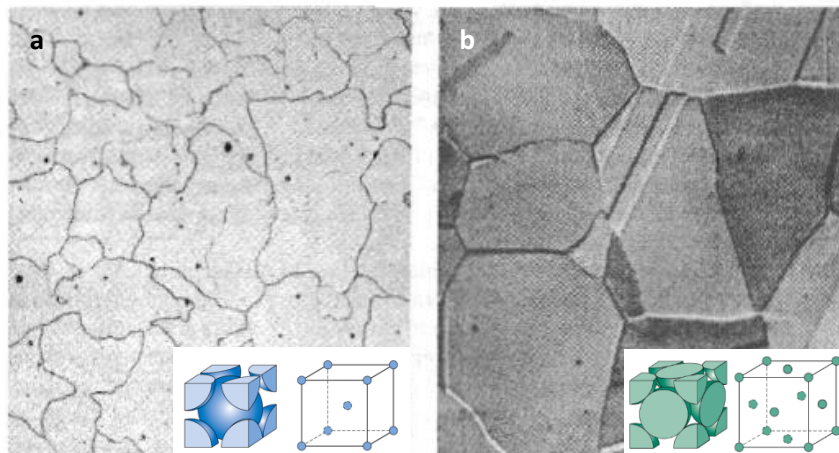


Figura 3. Micrografies de ferrita (a) i austenita (b) ^[1].

Podem classificar els acers en dos grans grups; els acers al carboni i els acers d'aliatge.

Els **acers al carboni** representen aproximadament un 90 % sobre la producció total d'acer ^[3]. Aquests tipus d'acers només contenen concentracions molt reduïdes d'impureses diferents al carboni ^[1].

Els acers al carboni es classifiquen segons el seu contingut en carboni, ja que aquest és el principal implicat en la seva duresa i resistència, en: baix (menys del 0,25 % de C), mitjà (entre el 0,25 i el 0,6 % de C) i alt (entre el 0,6 i 1,4 % de C) concentració de carboni ^[4].

En canvi, en els **acers d'aliatge**, tot i conservar les propietats del ferro en estat pur, molts cops necessiten l'addició d'elements d'aliatge, tant metàl·lics com no metàl·lics, per tal de millorar les seves propietats físiques i químiques i és per això que s'afegeixen intencionadament en concentracions específiques ^[1].

Per aquesta raó, els acers d'aliatge han evolucionat molt. Existeixen els acers de baix aliatge (fins a 6 % de contingut de crom, níquel, etc.), els acers inoxidables (amb un contingut normalment de 18 % en crom i 8 % en níquel) i els acers d'eines (amb crom, molibdè, tungstè, vanadi i cobalt) ^[3].

2.2.1. Acers inoxidables

2.2.1.1. Història

El principal inconvenient que presenten els acers és la seva susceptibilitat a la corrosió.

S'entén com a corrosió la reacció química o electroquímica entre un material i el medi el qual provoca el deteriorament i la pèrdua de les propietats d'un material.

El ferro, igual que la majoria de metalls que coneixem, es troba en forma d'òxid a la natura i per tant té tendència a abandonar el seu estat sòlid i retornar a l'estat iònic al reaccionar amb l'oxigen (veure **Figura 4**), de manera que es tracta d'un procés completament natural.

Els acers inoxidables es caracteritzen pel seu comportament passiu respecte a la corrosió en molts ambients, especialment en l'atmosfera. El crom és el principal element d'aliatge (en una concentració mínima del 10,5 %). La resistència a la corrosió millora amb addició de níquel i de molibdè ^[1].

Aquesta alta resistència a la corrosió és degut a la formació d'una pel·lícula d'òxid de crom a la superfície quan el material s'exposa a ambients oxidants. Aquesta capa s'adhereix actuant com a capa de protecció contra la corrosió ^[5] (veure **Figura 4**).

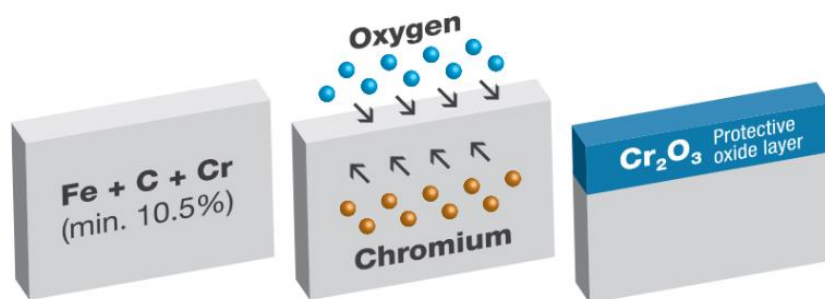


Figura 4. Procés d'oxidació dels acers inoxidables ^[6].

La capa passiva dels acers inoxidables té la propietat de regenerar-se quan la superfície del material és atacada, ja que el crom present en l'acer, reacciona ràpidament amb l'oxigen formant-se de nou la fina capa d'òxid protectora.

És gràcies a tots aquests avantatges que en l'actualitat hi ha una gran demanda d'aquest tipus d'acers en diversos àmbits.

Els acers inoxidables es classifiquen segons la seva microestructura, la qual pot ser austenítica, martensítica o ferrítica. També existeixen un tipus d'acer inoxidable denominats dúplex, els quals combinen una microestructura ferrítica i austenítica. També es poden classificar segons el seu magnetisme: els austenítics no són magnètics, mentre que els altres tres tipus són magnètics ^[5].

2.2.1.2. Composició i propietats físiques i mecàniques

Els acers inoxidables són aliatges de ferro amb un 10,5 % de crom com a mínim i un 1,2 % de carboni com a màxim. A aquests aliatge se'l hi pot afegir altres elements que es classifiquen segons en quina fase són més solubles com a gammàgens, més solubles en austenita, o al·fàgens, més solubles en ferrita. Els elements gammàgens són el níquel, el manganés, el carboni, el nitrogen, el sofre, el seleni,

el fòsfor i el coure. Mentre que els element al·lògens són el crom, el molibdè, l'alumini, el vanadi, el silici, el titani i el niobi ^[5].

En general, els acers inoxidable ofereixen un bon comportament mecànic i una molt bona resistència a la corrosió, ofereixen una baixa conductivitat tèrmica i solen tenir una elevada duresa. Solen ser fàcils de conformar, de maquinari i de soldar ^[5,7]. A la **Taula 1** es pot veure les propietats mecàniques dels diferents acers inoxidable.

Taula 1. Propietats mecàniques de diferents acers inoxidable ^[8].

		Ferrític	Austenític	Martensític	Dúplex
Resistència a la tracció (MPa)		415-650	490-860	480-1000	680-900
Límit elàstic (MPa)		275-550	205-575	275-860	410-900
Duresa	HB	180-200	201-217	217	270-310
	HRB / HRC (*)	88-95	92-95	96	28-31*

2.2.2. Acers inoxidable dúplex

Aquests acers s'anomenen dúplex a causa de posseir una microestructura bifàsica composta per austenita i ferrita, tal i com es mostra a la **Figura 5**. Es caracteritza per oferir un bon compromís entre les propietats mecàniques i la resistència a la corrosió i és per això que el seu ús s'ha estès, en àmbits com l'automoció, la petroquímica, en plantes químiques nuclears i en la indústria del paper ^[9].

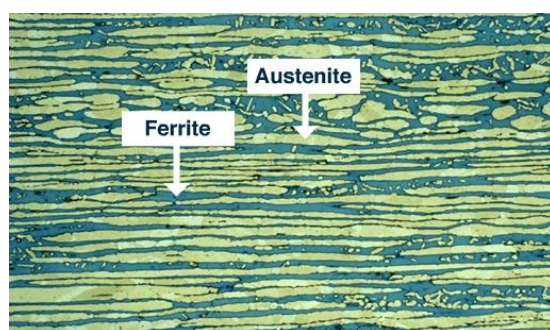


Figura 5. Micrografia d'una mostra d'acer inoxidable dúplex ^[10].

2.2.2.1. Història

La primera referència sobre els acers inoxidable dúplex van aparèixer el 1927, quan es van publicar els primers resultats sobre estructures austeno-ferrítiques. A partir d'aquí països com França, Alemanya, Suècia i EEUU van dedicar-se a estudiar aliatges d'aquesta naturalesa. Es tractava d'aliatges de crom, níquel i molibdè ideats amb la finalitat de reduir la corrosió intragranular dels primers acers inoxidable austenítics amb alt contingut en carboni. Aquests van ser els acers inoxidable dúplex de primera generació (acers inoxidable dúplex amb menys del 0,1 % de N)

presentaven unes propietats atractives, però existien certes limitacions a l'hora de soldar-los, ja que en aquella època els processos metal·lúrgics no permetien controlar amb precisió el balanç d'austenita i ferrita que el formaven i l'excés de ferrita en la zona afectada pel calor debilitava notablement la resistència del material. A més, els primers acers dúplex presentaven un contingut en carboni molt elevat mentre que els processos de descarburació no estaven a l'alçada. Va ser per aquests motius que el seu ús es va veure limitat a unes poques aplicacions molt específiques.

Entre els anys 60 i 70 dos factors van ajudar al desenvolupament dels acers inoxidables dúplex. Per una banda el progrés de dues tècniques, VOD (*Vacuum Oxygen Decarburization*) i AOD (*Argon Oxygen Descarburation*) van permetre fabricar acers dúplex amb un baix contingut de carboni, sofre i oxigen conjuntament amb alts continguts de crom i níquel, a més d'aconseguir un balanç favorable de ferrita i austenita en la seva composició química. També el procés AOD va permetre afegir deliberadament nitrogen com a element d'aliatge, la qual cosa va afavorir a que tant la tenacitat com la resistència a la corrosió en les unions soldades fossin similars a les del material base. Aquesta inclusió de nitrogen deliberada va ser la principal característica dels anomenats acers inoxidables dúplex de segona generació (acers inoxidables dúplex amb 0,1 - 0,2 % de nitrogen), els quals arran dels avenços tecnològics esmentats, oferien una bona resistència a la corrosió, alta resistència mecànica i bona soldabilitat.

D'altra banda la indústria petroquímica estava en expansió i creixia la demanda d'acers inoxidables resistents a medis agressius, fàcils de fabricar i amb una alta resistència mecànica. Tot i que els acers inoxidables austenítics eren aptes per treballar en aquestes condicions, l'escassetat de níquel d'aquella època va elevar-ne el preu i va causar que aquest sector de la indústria apostés fortament per aquests acers. El acer més utilitzat d'aquest tipus, és l'acer EN. 14462 (conegut com 2205), el que s'estudia en aquest TFG.

També es van desenvolupar un altre tipus d'acer, els acers inoxidables dúplex de tercera generació, els quals són els que tenen més del 0,2 % de N. Aquestes originàriament es van desenvolupar per aconseguir una major resistència a la corrosió en medis amb als contingut de clor i ambients amb alt contingut de sofre ^[8,11,12,13].

2.2.2.2. Cristal·lografia

Els acers inoxidables dúplex es caracteritzen des d'un punt de vista estructural per una estructura bifàsica composta per ferrita (α) i austenita (γ) en proporcions variables entre un 30 i el 70 %. La composició química d'aquests materials es sol caracteritzar, generalment, per presentar continguts de crom entre el 18 i el 28 %, níquel entre 4 i 6 %, molibdè entre un 1,5 i 3 % entre d'altres. Gràcies a la seva microestructura bifàsica els proporciona unes propietats mecàniques que per separat no poden assolir. El fet que la matriu estigui composta per ferrita, dona un alt límit elàstic en aquest

tipus d'acer, que duplica els acers austenítics convencionals com a mínim a temperatures de fins a 100 °C. També presenta una resistència molt elevada i uns valors intermedis de ductilitat ^[13]. Com es pot veure en **Figura 6**.

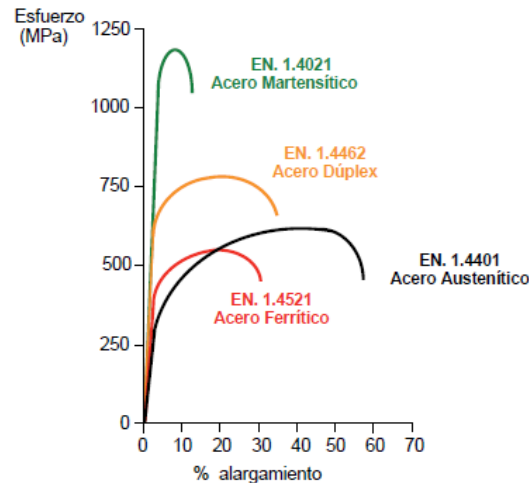


Figura 6. Propietats mecàniques dels diferents tipus d'acers inoxidable ^[13].

Tenen una bona soldabilitat i una excel·lent tenacitat de fractura i presenten una bona resistència a la corrosió en ambients com en aigua de mar o amb agents fortament àcids. Aquest comportament és degut a l'equilibri entre la composició química i la estructura, així com a l'equilibri de les fases del qual està compost. Per exemple, alts continguts de ferrita augmenten el límit elàstic, alhora que redueixen la ductilitat i redueixen la resistència.

Per altre banda el contingut de nitrogen afecta a la resposta mecànica de l'acer. A major percentatge de nitrogen, s'incrementa la resistència mecànica i la ductilitat, degut a que el seu caràcter gammàgen, que afavoreix la formació d'acer amb alts percentatges d'austenita.

Els tractaments tèrmics que es realitzen a temperatures elevades impliquen la re-dissolució de la fase austenítica i conseqüentment un increment del percentatge de ferrita. Tractaments tèrmics per sota de l'interval de temperatures 1050 - 1300 °C apareix el risc de la formació de segones fases. La majoria de transformacions tenen lloc en les fronteres de gra de la intercara ferrita-austenita ^[8,14].

Les fases intermetàl·liques es poden formar tant en altes com a baixes temperatures. Els elements d'aliatge influeixen en la formació d'aquestes fases i/o de precipitats reduint el temps necessari per la seva aparició i determinant a la temperatura que tindrà lloc. Elements com el crom, molibdè i el tungstè, acceleren la precipitació en tots els casos, mentre que el silici tan sols influeix en les formades a altes temperatures i el coure en les de baixa temperatura. Per altra banda, el molibdè, el

silici i el tungstè augmenten la temperatura a la que es formen les fases, en canvi, el crom i el coure provoquen l'efecte contrari ^[8].

2.2.2.3. Aplicacions

L'aplicació més comú d'aquests acers es en forma de productes plans (planxa i xapa) obtinguts mitjançant el procés de laminació.

Aproximadament el 95 % de la producció mundial dels acers inoxidables dúplex laminats es fabriquen segons un mateix procediment industrial: en una primera etapa l'acer procedent de la colada contínua es lamina en calent per aconseguir importants reduccions en l'espessor, seguit d'un tractament tèrmic de recuit amb el fi de recuperar la seva ductilitat i posteriorment una laminació en fred fins a obtenir l'espessor desitjat. El procés acaba amb un recuit final en el que es pretén obtenir un acer amb unes característiques adaptades a la seva aplicació ^[9]. Aquest procés es pot veure esquematitzat en **Figura 7** ^[13].

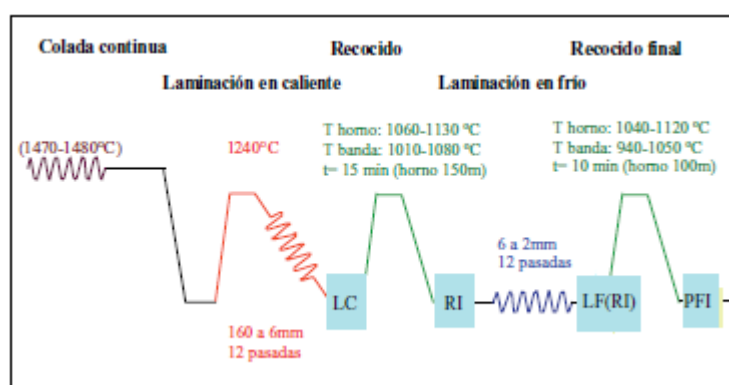


Figura 7. Esquematització del procés industrial dels acers inoxidables dúplex ^[13].

Els acers inoxidables dúplex són àmpliament usats en les indústries químiques i petroquímiques, per exemple en els conductes pressuritzats, en la indústria del petroli i gas, com en els equipaments de perforació, vàlvules de sortida, instal·lacions de gas, canonades, compressors entre d'altres. També són usats en la indústria de la polpa i paper, en transport marí, en mineria, en la indústria alimentària entre moltes altres ^[8].

2.2.2.4. Dislocacions

Les dislocacions són un dels principals sistemes de deformació dels materials i és essencial el seu coneixement per entendre les propietats tant físiques com mecàniques dels sòlids cristal·lins. Les dislocacions són defectes lineals que provoquen una distorsió de la xarxa al voltant d'una línia.

2.2.2.4.1. Classificació

Una dislocació és un defecte lineal o unidimensional al voltant d'alguns àtoms desalineats. Les dislocacions estan definides pel vector de Burgers i la línia de dislocació. El vector de Burgers, és el vector el qual ens indica la magnitud i la direcció de la distorsió associada a la dislocació; mentre que la línia de dislocació és la línia situada entre la part desplaçada i la no desplaçada del pla ^[15].

Es classifiquen en tres tipus segons les orientacions relatives entre el vector de Burgers i la línia de dislocació: dislocació d'aresta, vora o falca, dislocació helicoïdal i dislocació mixta.

- **Dislocació d'aresta, vora o falca.** Aquest tipus de dislocació és una porció extra d'un pla d'àtoms, o un semiplà, el qual la seva aresta acaba dins del cristall, tal i com es pot veure en la **Figura 8**. És un defecte lineal centrat al voltant de la línia definida per l'extrem del semiplà d'àtoms extra. En la **Figura 8**, la dislocació és perpendicular al pla de la imatge. Els àtoms situats a sobre de la línia de dislocació, estan comprimits, mentre que els que es troben sota d'aquesta línia, estan sotmesos a tracció. Això es reflexa en la lleugera curvatura dels plans verticals dels àtoms, que es dobleguen al voltant del semiplà extra.

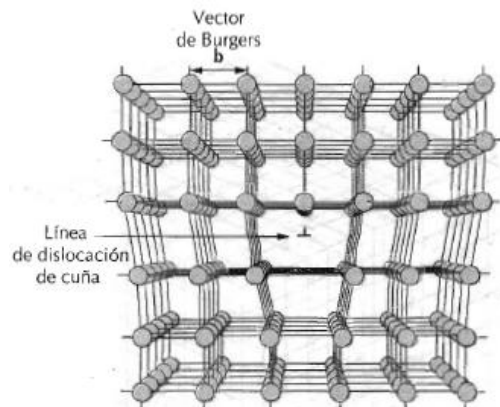


Figura 8. Posicions atòmiques en una dislocació d'aresta. El semiplà atòmic extra es mostra en perspectiva ^[1].

- **Dislocació helicoïdal.** La dislocació helicoïdal es forma al aplicar un esforç de cisalla. Tal i com es mostra en la **Figura 9**, la part superior de la regió frontal del cristall, es desplaça a la dreta una unitat atòmica respecte la part inferior. La distorsió atòmica associada també és lineal i situada al llarg de la línia de dislocació. S'anomena helicoïdal, degut a l'espiral que els plans atòmics realitzen al voltant de la línia de dislocació.

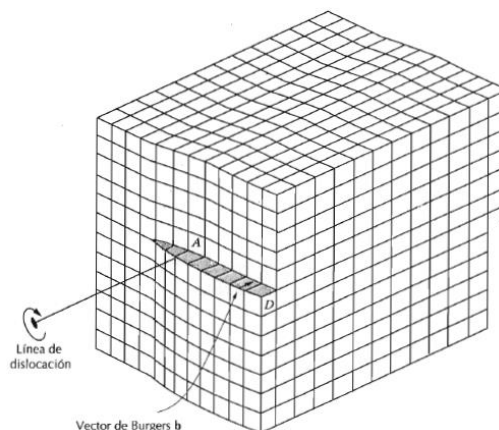


Figura 9. Dislocació helicoidal ^[1].

- **Dislocació mixta.** La majoria de les dislocacions que existeixen en materials cristal·lins no són pròpiament ni d'aresta ni helicoidals, sinó que presenten ambdós tipus.

2.2.2.4.2. Desplaçament de les dislocacions

El procés mitjançant el qual es produeix la deformació plàstica per el moviment de dislocacions s'anomena lliscament. El pla al qual es mou la dislocació s'anomena pla de lliscament. La deformació plàstica macroscòpica correspon a la deformació permanent que resulta del moviment de les dislocacions.

La densitat de dislocacions d'un material, s'expressa com la longitud total de dislocacions per unitat de volum, o el que és el mateix, el número de dislocacions que creuen per unitat d'àrea d'una secció al atzar.

En la dislocació d'aresta, es mou en resposta a una cisalla aplicada en direcció perpendicular a la línia de dislocació, i la direcció del moviment serà paral·lel a la direcció de la tensió. Tal i com es veu a la **Figura 10**, sent A el pla d'àtoms addicional, quan s'aplica l'esforç a cisalla aquest es veu obligat a moure's, fent moure alhora els plans de la direcció en la qual va, és a dir, els plans B, C, D. Si la cisalla aplicada és suficientment elevada, els enllaços interatòmics del pla B es trencaran, i la part superior d'aquest pla es convertirà en el pla d'àtoms extra, mentre que la part inferior del pla B s'unirà al pla A. Aquest procés es repetirà amb els altres plans fins que finalment aquest pot sortir a la superfície formant un esglaó de magnitud igual a una distància interatòmica.

Abans i després del moviment, la distribució d'àtoms està perfecta i ordenada. L'estructura de la xarxa es veu únicament distorsionada durant el pas del semiplà addicional.

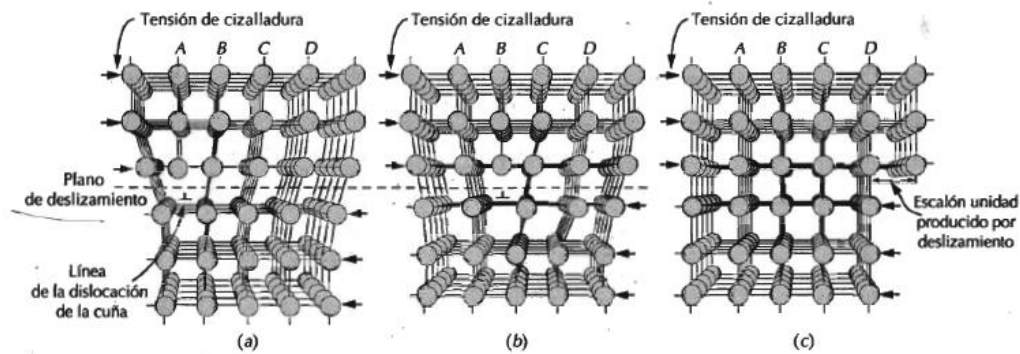


Figura 10. Canvis en les posicions atòmiques que acompanyen al moviment d'una dislocació d'aresta a mesura que es mou en resposta d'una tensió de cisella aplicada ^[1].

En dislocació helicoidal, pel contrari, la direcció de moviment en resposta a un esforç de cisalla, és perpendicular a la direcció de la tensió.

Tal i com es mostra en la **Figura 11**, la deformació plàstica neta produïda pel moviment de dislocacions, en ambdós casos és la mateixa.

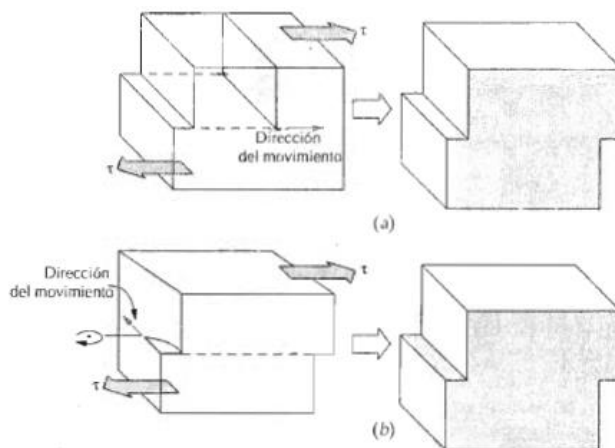


Figura 11. Formació d'un esgló sobre la superfície d'un cristall per mitjà de (a) una dislocació d'aresta i (b) una dislocació helicoidal ^[1].

A més del lliscament, la deformació plàstica en alguns materials metàl·lics, pot ser deguda a la formació de macles, és a dir, desplaçaments atòmics de tal forma que els àtoms d'un límit de gra són imatges especulars dels àtoms de l'altre banda ^[1]. Les macles són regions d'un cristall en què s'ha produït un canvi d'orientació de l'estructura cristal·lina, aquestes es poden produir de dues maneres diferents: Per deformació o per recuit. Les macles per deformació es produeixen en materials sotmesos a esforços i que disposen de pocs sistemes de lliscament de dislocacions, mentre que les macles de recuit es produeixen durant el tractament de recuit dels materials ^[16].

2.3. Nanoindentació

2.3.1. Mètode: procés i funcionament

Les dues propietats estudiades en aquest TFG són la duresa (H) i el mòdul d'elasticitat (E).

La H és la resistència d'un material a la deformació plàstica localitzada. Els primers assajos de duresa es basaven en la capacitat d'un material per a ratllar a un altre de més tou. Al llarg dels anys, s'han anat desenvolupant tècniques, i els assaigs de duresa els realitzen aparells els quals els coneixem com a duròmetres. Aquests es basen en forçar a un penetrador sobre la superfície d'un material en condicions de carga i velocitat d'aplicació de la carga controlades ^[1].

Per a poder realitzar l'assaig, el material del penetrador ha de ser més dur que el de la mostra, i habitualment es fan servir puntes d'acer o de diamant. Els assaigs macroscòpics de Rockwell, Brinell i l'assaig microscòpic Vickers, són els més emprats per trobar les dureses dels materials.

Tradicionalment la H s'obté com a resultat de la següent expressió:

$$H = \frac{P_{màx}}{A_r} \quad (\text{Eq. 1})$$

Sent $P_{màx}$ la càrrega màxima d'indentació i A_r l'àrea residual de la petjada.

Pel que fa al E , també conegut com a mòdul de Young, és la rigidesa, és a dir, la resistència d'un material a la deformació elàstica. A major E , més rígid és el material i per tant, menys deformació elàstica al aplicar una determinada tensió ^[1].

En assaigs de tensió-deformació, E es pot expressar segons la llei de Hooke:

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \quad (\text{Eq. 2})$$

Sent σ la tensió aplicada i ϵ la deformació.

No va ser fins els anys 70 quan va començar a créixer l'interès en els assaigs IIT (Instrumented Indentation Technique) i investigadors com Bulychiev, Alekhin, Shorshorov d'entre d'altres, van usar aquesta tècnica per a obtenir valors de càrrega-desplaçament, el gràfic obtingut és el que es mostra en la **Figura 12** ^[17].

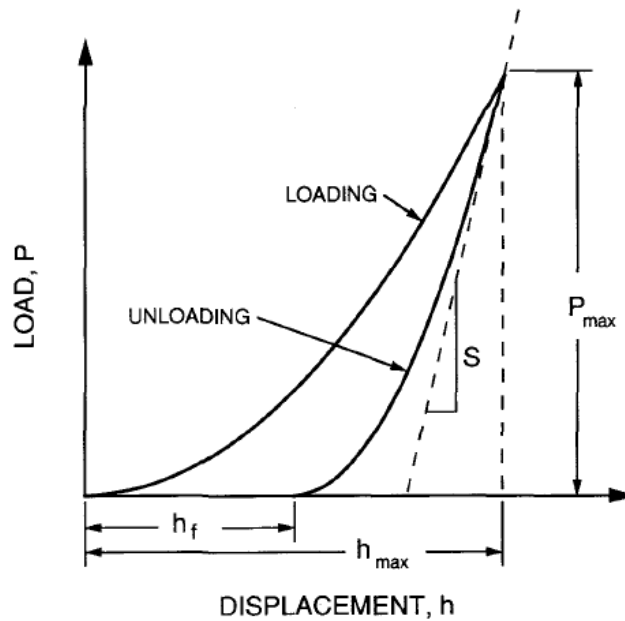


Figura 12. Diagrama d'un cicle de càrrega i descàrrega o corba P-h ^[17].

Com es pot apreciar a la **Figura 12**, la càrrega va augmentant a mesura que el penetrador s'introdueix en el material fins arribar a la càrrega o desplaçament màxim ($P_{m\grave{a}x}$ i $h_{m\grave{a}x}$ respectivament). Un cop assolit aquest punt, comença la corba de descàrrega, on es produeix la recuperació elàstica del material, causant que la profunditat resultant de la petjada o profunditat final (h_f) sigui menor a la profunditat màxima assolida amb el penetrador. El pendent inicial de la corba de descàrrega ens indica la rigidesa de contacte (S , *stiffness*) ^[17], que s'analitza mitjançant la següent equació:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot E_r \cdot \sqrt{A} \quad (\text{Eq. 3})$$

Sent E_r el mòdul d'elasticitat reduït i A és l'àrea projectada del contacte elàstic, el qual es deu als efectes dels indentadors no rígids. Es defineix E_r mitjançant:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (\text{Eq. 4})$$

On ν i E són, el coeficient de Poisson i el mòdul elàstic, respectivament, de l'espècimen i ν_i i E_i són els mateixos paràmetres però per a l'indentador ^[17]. Per a penetradors de diamant, com és el Berkovich, l'utilitzat en aquest estudi, el valor dels paràmetres elàstics són $E_i = 1141$ GPa i $\nu_i = 0,07$ ^[18].

Pel que fa l'(**Eq. 3**), originàriament es va derivar per a indentadors cònics, més tard van demostrar que també es pot aplicar per a penetradors cilíndrics, esfèrics i van especular que també es podria usar per a altres tipus de geometries. Posteriorment, Pharr, Oliver i Brotzen verifiquen que es pot aplica per a qualsevol indentador que es descrigui com a un cos de revolució. Més endavant es

mostra que les desviacions per a punxonats de punta plana amb seccions transversals quadrades i triangulars són d'1,2 i 3,4 %, respectivament ^[17]. Més endavant **(Eq. 3)** i **(Eq. 4)**, seran reescrites per Oliver i Pharr en les **(Eq. 6)** i **(Eq. 7)**, respectivament.

Als anys 80, Oliver, Hutchings i Pethica es van adonar que en indentacions molt petites, trobar l'àrea observant la petjada era un procés llarg i complicat. Per això, van suggerir un mètode senzill basat en relacionar les corbes de càrrega i desplaçament, basant-se en el coneixement de la geometria de l'indentador i en que el material s'ajusta a la forma del penetrador a la profunditat final (h_f) ^[17]. Posteriorment Doerner i Nix van proposar un nou mètode, basat en extrapolar la part lineal inicial de la corba de descàrrega a càrrega zero i utilitzant la profunditat extrapolada amb la funció de l'indentador per determinar l'àrea de contacte. Oliver i Pharr, més tard determinen que no és correcte usar aquesta extrapolació, ja que les corbes de descàrrega rarament són lineals, ni tan sols al inici de la corba. Per això el mètode més utilitzat actualment és el de Oliver i Pharr ^[17].

En nanoindentació, l'indentador més usat i el que s'ha fet servir en aquest estudi, és el de Berkovich, aquest té forma tetraèdrica, com es veu en la **Figura 13**, i la mateixa funció àrea-profunditat que un indentador Vickers. Amb aquesta punta i amb el mètode de Oliver i Pharr, que es descriu a continuació, es troba la H i el E .

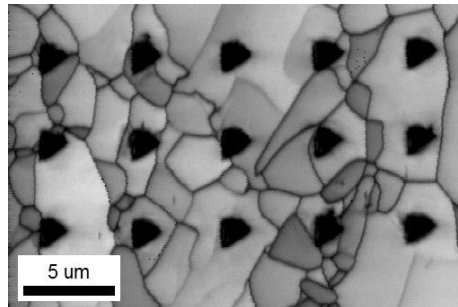


Figura 13. Imatge de les indentació en forma tetraèdrica. Imatge real d'algunes de les indentacions realitzades en aquest estudi)

Segons el mètode de Oliver i Pharr de l'any 1992 i amb les millores d'aquests de l'any 2004, determinarem la H i el E amb les dades obtingudes de la corba càrrega desplaçament ($P-h$).

Primer de tot van reescriure l'equació per obtenir la H , i es farà servir la següent equació:

$$H = \frac{P_{m\grave{a}x}}{A_c} \quad (\text{Eq. 5})$$

A diferència de la **(Eq. 1)**, l'àrea utilitzada (A_c) no és l'àrea residual de la petjada, sinó que serà directament l'àrea de contacte quan la càrrega aplicada sigui la màxima ($P_{m\grave{a}x}$).

També reescriuen la **(Eq. 3)**, i en conseqüència la **(Eq. 4)** de la següent forma:

$$S = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} \cdot E_{eff} \cdot \sqrt{A_c} \quad (\text{Eq. 6})$$

$$E_{eff} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} - \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad (\text{Eq. 7})$$

On E_{eff} és el mòdul d'elasticitat efectiu i β és el paràmetre de geometria de l'indentador. Al mètode inicial aquest paràmetre es va considerar 1, que és el valor per a indentadors axisimètrics. Per a penetradors amb secció transversal quadrada $\beta = 1,012$ i per a indentadors triangulars, com el cas del indentador Berkovich $\beta = 1,034$ ^[18].

L'àrea de contacte a la $P_{màx}$ està determinada per la geometria de l'indentador i la profunditat de contacte (h_c), la qual es pot observar en la **Figura 14**.

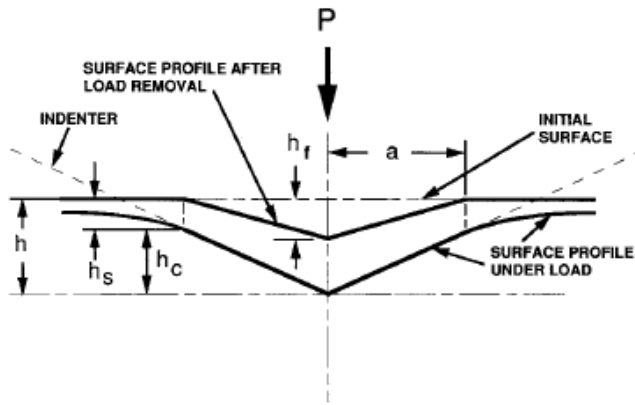


Figura 14. Representació esquemàtica d'una secció a través d'una indentació ^[17].

De la **Figura 14**, es pot deduir la següent equació:

$$h_c = h_{màx} - h_s \quad (\text{Eq. 8})$$

Sent $h_{màx}$ la profunditat màxima i h_s la profunditat de la superfície al perímetre de contacte.

A partir de les dades de càrrega desplaçament, sabent que h_s depèn de la geometria del penetrador i assumint que els efectes deguts a l'apilament són insignificants, s'utilitzarà:

$$h_s = \epsilon \cdot \frac{P_{màx}}{S} \quad (\text{Eq. 9})$$

On ϵ és una constant geomètrica depenent de l'indentador i el seu valor és $\epsilon = 0,72$ per a indentadors cònics, $\epsilon = 0,75$ per a paraboloides de revolució i $\epsilon = 1$ per a indentadors plans ^[18].

De tal forma que si ajuntem la (Eq. 8) i la (Eq. 9), s'obté:

$$h_c = h_{m\grave{a}x} - \epsilon \cdot \frac{P_{m\grave{a}x}}{S} \quad (\text{Eq. 10})$$

En el mètode de Oliver i Pharr, la rigidesa obtinguda al final i a l'inici de la corba de descàrrega són molt diferents. Per a poder mesurar la rigidesa, el procediment que s'ha adoptat es basa en l'observació que les dades de la corba de descàrrega estan descrites per la següent llei potencial ^[17]:

$$P = A \cdot (h - h_f)^m \quad (\text{Eq. 11})$$

On A i m són constants de la llei potencial, que es determinen, juntament amb h_f , fent un ajust a les corbes. La rigidesa s'obté de derivar la (Eq. 11) respecte la profunditat i avaluar els resultats en la profunditat màxima ($h = h_i$):

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{m\grave{a}x}} = A \cdot m \cdot (h_{m\grave{a}x} - h_f)^{m-1} \quad (\text{Eq. 12})$$

Coneixent S es pot calcular h_c i amb aquesta trobar A_c . Només cal aplicar la funció $A_c = F(h_c)$, que és la funció que descriu l'àrea de contacte.

Per al càlcul de les àrees de contacte s'utilitza l'equació ^[17]:

$$A_c = \frac{\pi}{4} \cdot \frac{1}{E_r^2} \cdot \frac{1}{(C - C_f)^2} \quad (\text{Eq. 13})$$

A partir de la qual es va fer una suposició inicial ajustant la relació de les dades d'àrea i h_c , obtenint l'equació ^[17]:

$$A_c(h_c) = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (\text{Eq. 14})$$

On C_x són constants, les quals el terme principal (C_1) descriu un indentador perfecte Berkovich; els altres descriuen desviacions de la geometria Berkovich degut a l'arrodoniment de la punta.

Per tant, per calcular l'àrea en el cas d'un Berkovich perfecte és ^[17]:

$$A_c(h_c) = 24,5 h_c^2 \quad (\text{Eq. 15})$$

2.3.2. Avantatges e inconvenients

La nanoindentació presenta nombrosos avantatges si es compara amb la macro o la microindentació. Per començar permet obtenir molta més informació sobre les propietats mecàniques del material, com el mòdul d'elasticitat, ja que es pot fer assaigs a escala nanomètrica. A diferència de la

microindentació no requereix un potent microscopi per a mesurar la impressió de la petjada de l'indentador. A més els equips de nanoindentació ens permeten fixar valors màxims i mínims de càrrega o desplaçament i controlar i monitoritzar contínuament els paràmetres en funció del temps, generant les corbes de càrrega-desplaçament (com la que veiem en la **Figura 12**) i obtenir els valors de duresa i mòdul d'elasticitat.

Pel contrari, també presenta alguns inconvenients, i és que per garantir un resultat precisos, hi ha diversos factors que s'han de tenir en compte ja que poden influir en l'anàlisi de les dades, com són la rugositat de la superfície, la temperatura, les vibracions ambientals o l'arrodoniment de la punta de l'indentador ^[19].

2.3.3. Indentació massiva

Per a un material amb dues fases, com és el cas del material estudiat, una prova d'indentació única dóna accés a les propietats d'una de les fases, sempre i quan la profunditat de la penetració sigui menor a la mida característica de la fase. Per això, es realitzen una matriu de penetracions per tal de poder estudiar les propietats mecàniques de les dues fases ^[20].

Per realitzar una prova de “*massive indentation*”, es realitza amb un aparell equipat amb un mòdul de mesurament de rigidesa de manera contínua que permet la determinació dinàmica de les seves propietats mecàniques en funció de la profunditat d'indentació. Per tal de fer la caracterització mecànica, les penetracions es duen a terme amb un indentador de punta Berkovich, i els resultats de l'assaig s'obtenen utilitzant el mètode d'Oliver i Pharr (explicat en el **apartat 2.3.1**).

Per tal de realitzar una bona avaluació de les dades, s'organitza les indentacions en una matriu amb freqüència regular. Es penetra fins a la profunditat de penetració màxima (o bé fins a la màxima càrrega aplicada), i es separen les indentacions a una distància constant (per evitar solapaments entre elles) ^[21].

Una vegada s'ha realitzat la matriu d'indentacions, les dades obtingudes són exportades i s'avaluen mitjançant un mètode estadístic, el qual s'explica a l'**apartat 2.3.3.1**.

2.3.3.1. Mètode estadístic

A partir de les dades obtingudes amb la prova de “*massive indentation*”, es tracten les dades estadísticament per a obtenir resultats.

El mètode estadístic es pot utilitzar per a materials heterogenis amb propietats mecàniques diferents. El mètode utilitzat per fer el tractament estadístic és el d'Ulm i els seus col·laboradors, el qual es basa en considerar una mostra composta per diverses fases, i cada una d'elles amb diferents valors de

propietats mecàniques. Aleshores suposa que per a cada fase les propietats mecàniques segueixen una distribució Gaussiana descrita per ^[22,23,24,25]:

$$p_i = \frac{1}{\sqrt{2 \cdot \pi \cdot \sigma_i^2}} \cdot e^{\left(-\frac{[H-H_i]^2}{2 \cdot \sigma_i^2}\right)} \quad (\text{Eq. 16})$$

On σ_i és la desviació estàndard i H_i és la mitjana aritmètica de la propietat mecànica estudiada per a cadascuna del nombre indentacions (N_i) per a cada fase (i) ^[22].

Aleshores, per a poder trobar els paràmetres s'usa la funció de distribució acumulativa (CDF, *Cumulative Distribution Function*), que utilitza una funció d'error de forma sigmoïdal especial, la qual es descrita per ^[22]:

$$CDF = \sum_i \frac{1}{2} \cdot f_i \cdot \text{erf}\left(\frac{H - H_i}{\sqrt{2} \cdot \sigma_i}\right) \quad (\text{Eq. 17})$$

On f_i és la fracció relativa de cada fase i el sumatori de les fraccions ha de ser 1, com diu l'equació ^[25].

$$\sum_i f_i = 1 \quad (\text{Eq. 18})$$

Amb les equacions anteriors aconseguirem fer l'ajust a la corba CDF en funció de la propietat mecànica que s'estigui tractant (duresa o mòdul elàstic) o en la mida de gra. On s'obtidran els valors de CDF usant:

$$CDF = \frac{i}{N_T} \quad (\text{Eq. 19})$$

On N_T és el nombre total del valors de duresa (o el valor total del mòdul elàstic o la mida de partícula, depenent de quina propietat estiguem tractant), i la el paràmetre i anirà de 1 fins a N_T .

3. PROCEDIMENT EXPERIMENTAL

3.1. Material

3.1.1. Origen de la mostra

L'acer d'aquest estudi va ser subministrat per l'empresa Ugine-ALZ de Zelzate, Bèlgica. Es tracta d'un acer dúplex laminat en calent y recuit en condicions industrials de segona generació EN. 1.4462, segons la normativa europea, i conegut comercialment com 2205. La composició química d'aquest acer es mostra en la **Taula 2** ^[13]:

Taula 2. Composició química (% en pes) del acer estudiat EN. 1.4462.

C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Fe
0,023	1,55	0,026	0,006	0,45	22,62	5,92	3,02	0,158	Bal.

Com s'ha dit, la mostra estudiada prové d'una etapa de recuit industrial (RI) posterior a la laminació en calent. En aquesta etapa, el material es sotmet a un tractament tèrmic entre 1010 - 1080 °C durant 15 minuts, amb la intenció de poder recuperar la ductilitat abans de la etapa de laminació en fred ^[13].

L'acer es va subministrar en forma de planxes rectangulars, amb una secció de 6 mm d'espessor per 300 mm de longitud respecte la direcció de laminació i una amplada de 400 mm. No obstant la mostra estudiada ha estat també estudi d'una tesi doctoral i té unes dimensions inferiors, degut a que s'ha obtingut un fragment d'aquesta planxa ^[13].

També es va subministrar amb un tractament superficial de decapat ^[13].

3.1.2. Preparació de la mostra

3.1.2.1. Embotició

Per tal de facilitar la manipulació de la mostra en el procés de polit i obtenir una superfície plano-paral·lela, s'ha dut a terme el procés d'embotició en calent de la mostra en la premsa hidràulica "Struers LaboPress-3" mitjançant la resina fenòlica negra "BAK-B, resina de muntatge en calent", tant la màquina com la resina es poden veure en la **Figura 15**.

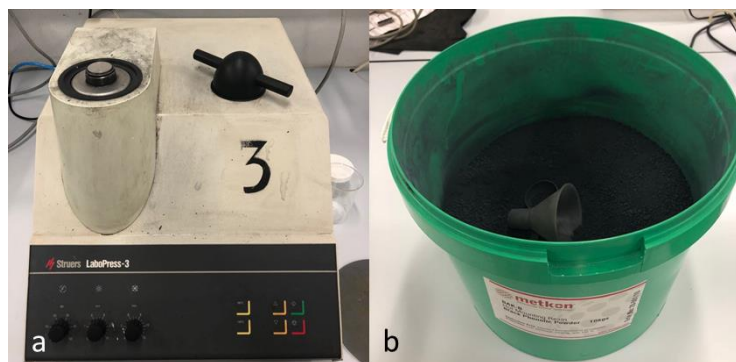


Figura 15. Equip i material usat pel procés d'embotició. (a) Màquina d'embotició (b) resina fenòlica.

Per dur a terme aquest procés, s'introdueix la mostra en el orifici cilíndric de la màquina, on es troba la placa elevadora (amb la cara que es voldrà polir en un futur, en contacte amb la superfície de la placa). S'introdueix la resina fins l'alçada desitjada (cobrint tota la mostra) i es tanca la tapa. Per acabar s'introdueixen les condicions del procés tal i com s'observen a continuació:

- *Força:* 25 kN.
- *Temperatura d'escalfament:* 180 °C.
- *Temps d'escalfament:* 5 min.
- *Temps de refredament:* 3 min.

3.1.2.2. Polit

El procés de polit, és el pas que precedeix a l'observació de la mostra. El fet d'utilitzar tècniques d'observació d'alta resolució i sensibilitat, provoca la necessitat de disposar d'una superfície molt ben preparada per obtenir bons resultats. Per la qual cosa, és essencial usar un bon mètode que s'adeqüi al material i garanteixi una superfície el més plana possible. A efectes visuals, no es pot veure cap defecte en la mostra, i la superfície, ha de mostrar la aparença d'un mirall (veure **Figura 18 (b)**).

L'equip utilitzat ha estat una polidora automàtica "Phoenix 4000 sample preparation system" (veure **Figura 16**). S'ha establert una força de 15 N i una velocitat de rotació de 150 rpm. També s'ha configurat perquè la mostra i el drap de polit giressin en sentits contraris.

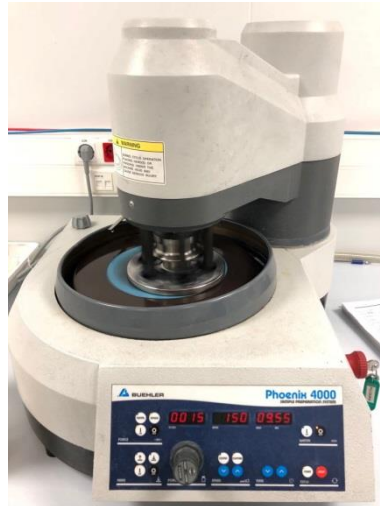


Figura 16. Polidora utilitzada en el procés de polit. Phoenix 4000. Sample preparation system.

Com que la mostra ja havia estat tractada amb anterioritat, no ha sigut necessari realitzar un desbast inicial, i s'ha procedit directament al polit amb draps circulars aptes per a plats giratoris magnètics (Struders MD) i s'ha usat pasta de polir amb suspensió de diamant de diferents mides (veure **Figura 17**).

El procés de polir ha constat de les següents etapes:

- Polit amb la suspensió de 30 μm : 20 min.
- Polit amb la suspensió de 6 μm : 20 min.
- Polit amb la suspensió de 3 μm : 20 min.
- Polit amb OPAN (solució neutre d'alúmina de 0,04 μm): 60 min.



Figura 17. Pastes de polir amb suspensió de diferents mides: (a) de 30 μm (b) de 6 μm (c) de 3 μm (d) OPAN.

Durant totes les etapes del procés s'ha mantingut els draps de polir humits, per refredar la mostra, ja que encara que es treballa amb poca força ($\sim 1 \text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$) i baixa velocitat de rotació, la mostra es pot escalfar i es pot arribar a canviar la microestructura.

Al finalitzar cadascuna d'aquestes etapes, s'ha afegit aigua destil·lada durant mig minut aproximadament per netejar tant el drap com la superfície de la mostra, i així evitar traspasar partícules abrasives d'una etapa a la pròxima. En la **Figura 18** es pot veure la diferència de la superfície de la mostra abans i després del procés de polit.

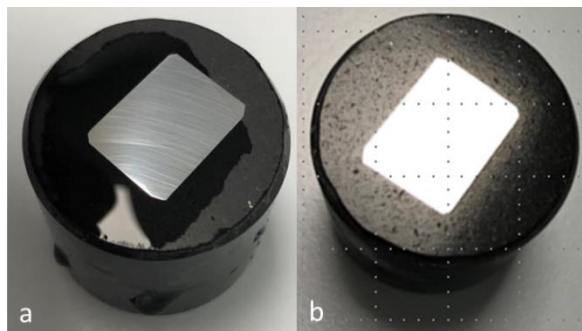


Figura 18. Mostra durant el procés de polit (a) abans del procés (b) al finalitzar.

3.1.2.3. Neteja

Un cop s'ha finalitzat totes les etapes del procés de polit, es procedeix a netejar la mostra, amb TRITON X-100, un agent que actua com un detergent suau (veure **Figura 19**).

Per a netejar-la, s'ha utilitzat una esponja i aigua destil·lada, provocant així l'emulsió que ha permès netejar la superfície. Poc a poc s'ha anat afegint aigua destil·lada fins eliminar totes les restes. Finalment, se li tira acetona i quan esta tota la superfície mullada, es procedeix a tirar aire directament.



Figura 19. Productes utilitzats per a la neteja de la mostra (TRITON X-100).

3.2. Caracterització microestructural

3.2.1. Difracció d'electrons retrodispersats (EBSD)

La difracció d'electrons retrodispersats (EBSD, *Electron Backscatter Diffraction*) és la tècnica actualment més utilitzada per obtenir informació cristal·logràfica de la mostra per a l'anàlisi microestructural ^[26].

El sistema EBSD pot ser adaptada a un microscopi electrònic de rastreig (SEM, *Scanning Electron Microscopy*) el qual ens proporciona el feix d'electrons necessari per inserir en la mostra, i ens permetrà obtenir les imatges.

S'introdueix la mostra dins de la càmera del SEM prèviament preparada i inclinada entre 70 i 75 ° respecte el feix d'electrons (tant per disminuir el recorregut dels electrons com la fracció d'aquests absorbits per la mostra), quan els electrons insereixen en la mostra, interactuen amb els àtoms de la xarxa cristal·lina fent que alguns d'ells surtin dispersats i són captats pel detector que transformarà la informació rebuda en una imatge digital (on s'observen patrons de difracció). La tècnica EBSD es basa

en l'anàlisi dels patrons de difracció, coneguts també com línies, bandes o patrons de Kikuchi (veure **Figura 20**), les quals estan directament relacionades amb la xarxa cristal·lina del material observat [27,28].

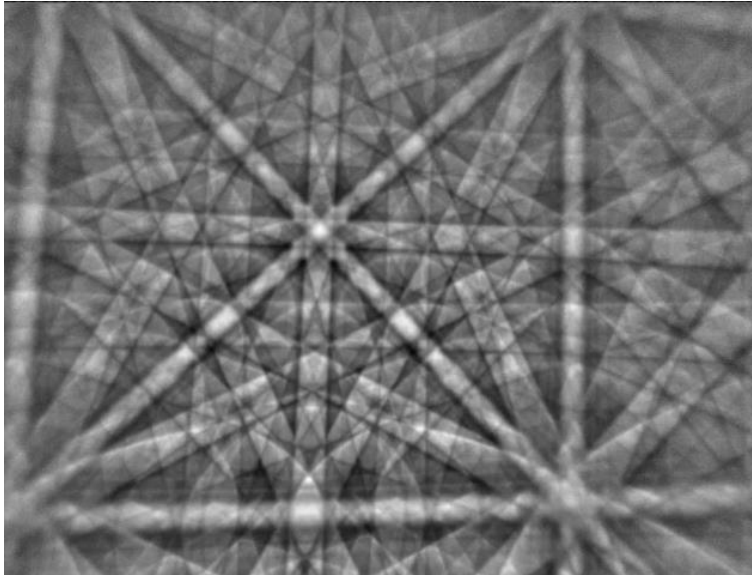


Figura 20. Patró de difracció o línies de Kikuchi [28].

El patró de difracció obtingut s'analitza fent servir una base de dades amb la informació cristal·logràfica de les fases d'interès i un software adequat per a processar cada una de les línies. Les línies de Kikuchi es relacionen amb les orientacions de la xarxa cristal·lina i amb el material de la següent forma: Primer, el patró obtingut reflexa la simetria de la xarxa cristal·lina i cada banda representa una família de plans; segon, l'amplada i la intensitat de les bandes està relacionada directament amb la distància entre àtoms en els plans cristal·lins; i per últim, l'angle entre les bandes està directament relacionat amb els angles entre els plans cristal·logràfics [27].

Per a fer aquest anàlisi, el sistema identifica el patró de difracció (línies i distàncies) i converteix les línies en punts amb la transformada de Hough. Aquests valors es comparen amb els valors teòrics de la base de dades (aquest procés se'l coneix com a indexació). Cada patró de Kikuchi és únic per a cada fase i orientació de gra en el espai. Cada mesura també va acompanyada d'un índex de confiança, que serà l'indicatiu de la confiança i la qualitat de la indexació, considerant que un índex adequat serà aquell que $IC > 0,1$, el qual tindrà la probabilitat del 95% d'estar ben realitzada. Finalment es realitza el càlcul de la orientació cristal·lina, el sistema guarda la orientació en el espai de la cel·la unitat definint tres angles, els anomenats angles d'Euler (φ_1 , Φ y φ_2), que són la rotació dels eixos respecte els eixos principals. Amb les fórmules corresponents es pot transformar els angles d'Euler en els índex de Miller, que ens permeten identificar un sistema de plans cristal·logràfics [27,29].

A partir de les dades obtingudes per EBSD es poden transformar en dades per a obtenir informació. D'aquestes informacions destaquem ja que son les utilitzades en aquest treball ^[30,31]:

- **Mapes de fase (PM, Phase Map).** Aquesta imatge ens permet conèixer les proporcions de cada fase present en el material. També ens permet diferenciar les diferents fases gràcies a una llegenda de colors.
- **Imatge de qualitat (QI, Quality Image).** El paràmetre de qualitat assigna un nombre de nitidesa o definició del patró de difracció del feix d'electrons (EBSP). Aquesta imatge representa la qualitat dels electrons una vegada interaccionen amb la superfície de la mostra en forma d'escala de grisos, d'aquesta manera ens permet observar la morfologia dels grans, els límits de gra i també danys superficials.
- **Figura de pol invers (IPF, Inverse Pole Figure).** Amb les dades dels angles d'Euler o els índex de Miller ens permet observar l'orientació cristal·logràfica del cadascun dels grans de la mostra, és a dir la textura de la mostra. Es pot identificar gràcies a una llegenda de colors.
- **Mapa de desorientació mitjana del nucli (KAM, Kernel Average Misorientation map).** Es tracta d'un càlcul de la desorientació mitjana entre cada píxel i els seus veïns més propers. Aquest mapa ens dóna una indicació de la tensió que s'ha produït i és una eina perfecte per visualitzar densitat de dislocacions i deformació plàstica.

La tècnica EBSD ha estat emprada per caracteritzar la cristal·lografia de la mostra. S'ha dut a terme a Alemanya gràcies a una col·laboració que s'ha establert amb aquest treball. Amb els resultats obtinguts s'ha pogut quantificar la mida de gra, conèixer la proporció de cada fase, l'orientació cristal·lina preferencial de cada fase i la distribució de la densitat de dislocacions.

3.3. Caracterització mecànica

3.3.1. Massive indentation

Per a estudiar les propietats mecàniques del material s'ha utilitzat el Nano Indenter XP (veure **Figura 21**). S'ha utilitzat una punta Berkovich, la qual ha estat calibrada abans del procés realitzant unes indentacions sobre sílice fosa. Per obtenir els resultats de l'assaig, per a cada indentació s'ha utilitzat el mètode d'Oliver i Pharr (explicat en el **apartat 2.3.1**) el qual hem pogut obtenir la duresa i el mòdul d'elasticitat a partir del mesurament continu de la rigidesa (CMS, Continuous Stiffness Measurement). S'ha de tenir en compte que aquest aparell és molt sensible i precís, i per això requereix d'una taula antivibradora i una cabina que li permeti un bon aïllament tant tèrmic com acústic ^[32].



Figura 21. Màquina amb la qual s'ha realitzat les nanoindentacions, Nano Indenter XP.

Abans de realitzar les nanoindentacions, la mostra ha estat observada mitjançant la tècnica EBSD, amb la qual hem pogut determinar la mida de gra i s'ha procedit a determinar la profunditat màxima en la qual el camp de deformació plàstica induït per la penetració sigui inferior a la mida de la majoria dels grans, d'aquesta forma es determinen les propietats mecàniques intrínseques de cada gra.

En aquest estudi es vol analitzar la cristal·lografia i les propietats mecàniques de cada fase per separat, aleshores per poder obtenir les propietats intrínseques, la profunditat màxima a la qual s'ha de treballar és de l'ordre de nanòmetres. Per aquest motiu es fa servir un nanoindentador.

Alhora, el camp de deformació plàstic és entre 7 i 10 vegades la profunditat màxima ^[33], tot i així, en aquest estudi, la separació entre les penetracions ha sigut el doble, per evitar que el camp de deformació plàstic entre les indentacions afecti al valor de duresa de la nanoindentació adjunta.

Per tant, les condicions de l'assaig han estat:

- *Profunditat màxima ($h_{m\grave{a}x}$) = 200 nm.*
- *Separació entre indentacions = 5 μ m.*

Amb aquestes condicions, les indentacions s'han organitzat en una matriu de 20 x 20. Per tal d'executar aquesta matriu, l'aparell realitzarà un moviment en forma de "S". Comença en la coordenada on anteriorment s'ha senyalitzat amb l'equip, i realitzarà les primeres 20 indentacions d'esquerra a dreta, seguidament es desplaçarà cap amunt, i executarà les següents 20 penetracions de dreta a esquerra. En la **Figura 22** podem veure una esquematització de com realitza les indentacions.

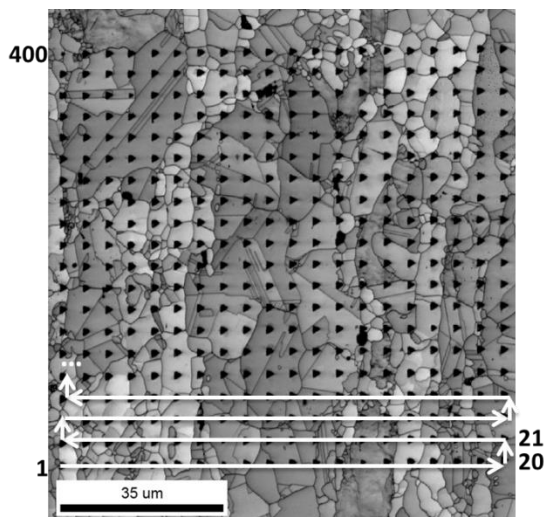


Figura 22. Ordre de realització de la matriu d'indentacions

Una vegada s'han realitzat les indentacions i s'ha analitzat cada una d'elles mitjançant el mètode d'Oliver i Pharr per poder obtenir els resultats, s'han tractat els punts de la corba rigidesa envers desplaçament (S-h) per tal d'assegurar que els valors inicials de contacte coincideixin (**Figura 23**). Com es pot veure en la **Figura 23**, la línia 1 és la representació gràfica inicial de la indentació 242, mentre que la línia 2 és la representació corregida de tal forma que els valors inicials de contacte siguin els mateixos en totes les indentacions. A més únicament s'han considerat els valors de duresa i mòdul d'elasticitat registrats entre els 100 i 200 nm, així es pot assegurar que totes les indentacions tenen la mateixa profunditat inicial i final, a més en aquest rang de treball els valors es mantenen constants.

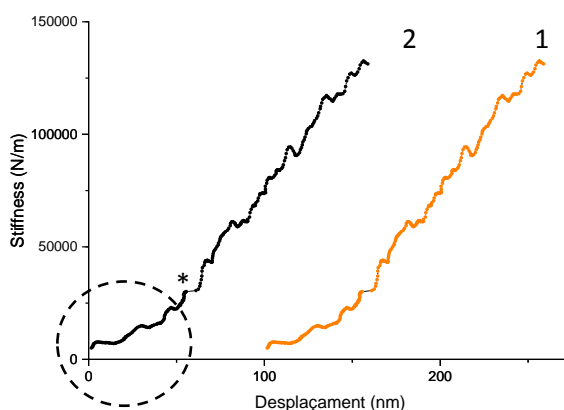


Figura 23. Representació gràfica de la rigidesa (Stiffness) envers desplaçament. (1) Corba inicial (2) Corba corregida de tal forma que s'assegura que els valors inicials de contacte coincideixin. (*) Defecte de punta del indentador.

Cal comentar que la zona delimitada per una circumferència amb línia discontinua, és degut al defecte de punta de l'indentador.

3.3.2. Mètode estadístic

En aquest estudi s'ha procedit a realitzar el tractament estadístic tant per obtenir la mida de gra com la duresa i el mòdul d'elasticitat de cada una de les fases.

3.3.2.1. Tractament estadístic per obtenir la mida de gra.

Primerament, abans de realitzar el tractament estadístic, és necessari obtenir les mesures de les mides de gra de la mostra. Aquestes mesures es realitzen amb el programa *Image J*, amb el qual a partir de la imatge obtinguda per EBSD de qualitat superposada amb el mapa de fases de la mostra (abans de les nanoindentacions), es dibuixa 10 línies verticals i 10 línies horitzontals. En cada una de les línies es mesura, la mida de tots els grans per on la línia passa. Tal i com es mostra el la **Figura 24**. Per a cada gra mesurat s'ha tingut en compte a quina fase pertany, i per tant, al final s'obté dues columnes de dades: les mides de gra per a la fase austenita i la mida de gra per a la fase ferrita.

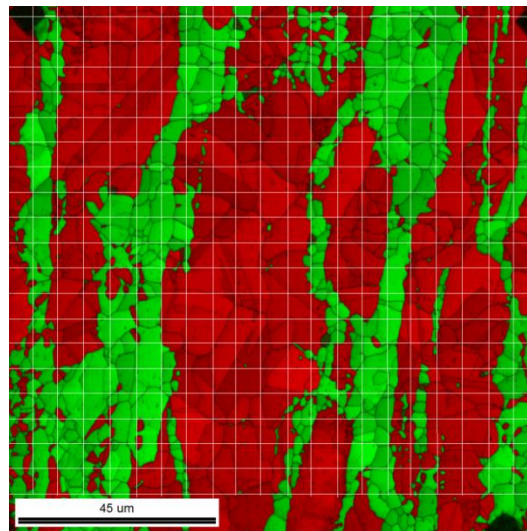


Figura 24. Imatge de la qual s'han obtingut les mides de gra a partir de les línies dibuixades en ella.

A partir de les mesures obtingudes, per a cada fase s'ha procedit a fer-ne el tractament estadístic amb el programa *Origin Pro 9.5*, on per començar es representa un histograma amb els valors de la mida de gra i una gràfica CDF en funció de la mida de gra.

Per representar aquest segon gràfic, la CDF ha estat calculada amb **(Eq. 19)**, la qual es descriu com:

$$CDF = \frac{i}{N_T} \quad (\text{Eq. 19})$$

On N_T és el nombre total de valors de la mida de gra de cada fase, i el paràmetre i va de 1 fins a N_T , que equival a 802 en el cas de l'austenita i 616 en el cas de la ferrita.

Per tal de d'obtenir els valors desitjats, es realitza l'ajust de la corba CDF en funció de la mida de gra. S'introdueix en el software del programa (Eq. 20) i (Eq. 21). Ja que com en l'histograma s'observa un comportament bimodal (en les dues fases), els punts experimentals s'ajusten a dos models i les equacions (Eq. 17) i (Eq. 18) es reescriuran de tal forma:

$$CDF = \frac{1}{2} \cdot f_1 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{d - d_1}{\sqrt{2} \cdot \sigma_1}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_2 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{d - d_2}{\sqrt{2} \cdot \sigma_2}\right) \quad (\text{Eq. 20})$$

$$f_1 + f_2 = 1 \quad (\text{Eq. 21})$$

Per a cada fase, a partir d'un procés iteratiu per realitzar l'ajust a la corba, finalment es troba els valors buscats, que són les dues mides de gra (gra fi i gra grans) del comportament bimodal, d_1 i d_2 , les seves respectives desviacions estàndard, σ_1 i σ_2 , i les fraccions per a cada mida de gra, f_1 i f_2 .

Per últim, s'ha representat les funcions gaussianes (Eq. 16) de cada mida de gra ajustant-les sobre l'histograma de mida de gra. Ha sigut necessari trobar un valor mínim representat en el eix de les X (*bin size*) per tal de poder diferencia correctament les dues mides de gra i que sigui coherent amb els resultats observats mitjançant EBSD.

3.3.2.2. Tractament estadístic per obtenir dureses i mòdul d'elasticitat.

El procediment que s'ha seguit, per realitzar el tractament estadístic per la mida de gra, serà el mateix que per la duresa i el mòdul d'elasticitat. Amb els resultat obtinguts (a partir de la *massive indentation*) s'ha procedit a fer el tractament estadístic per obtenir la duresa i el mòdul d'elasticitat de cada una de les fases.

Amb el programa *Origin Pro 9.5*, inicialment es representa un histograma amb els valors de duresa i un amb els valors del mòdul d'elasticitat. Després, amb (Eq. 19) es representa un gràfic de CDF en funció de la duresa i el mateix però en funció del mòdul d'elasticitat.

$$CDF = \frac{i}{N_T} \quad (\text{Eq. 19})$$

On, igual que ja s'ha mencionat, N_T és el nombre total de valors de duresa o mòdul elàstic, i el paràmetre i anirà de 1 fins a N_T que per tots dos casos equival a 391.

Per tal de d'obtenir els resultats desitjats, es realitza l'ajust a la corba del gràfic CDF en funció del paràmetre que s'estigui tractant. S'introdueix en el software del programa les equacions (Eq. 17) i (Eq. 18) reescrites.

En el cas de la duresa, sabem que el nostre material té dues fases (ferrita i austenita), però algunes de les indentacions s'hauran realitzat a la interfase, i per tant considerarem aquesta com una tercera fase. A més, en el histograma s'observen 2 pics més de duresa inferiors a la duresa de la interase, els quals es degut a que com que les indentacions s'han realitzat a profunditats de penetració petites, ha sigut possible confinar el camp de deformació plàstic dins els grans austenítics individuals, extraient les dureses intrínseques de les principals orientacions cristal·logràfiques austenítiques (001), (101) i (111) ^[34]. De tal forma que per realitzar l'ajust a la corba es té en compte els 5 models, corresponents al comportament de la fase austenita per a cada un dels índex de Miller, a la interfase i a la fase ferrita. De tal forma que l'(Eq. 17) es reescriu:

$$CDF = \frac{1}{2} \cdot f_1 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{H - H_1}{\sqrt{2} \cdot \sigma_1}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_2 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{H - H_2}{\sqrt{2} \cdot \sigma_2}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_3 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{H - H_3}{\sqrt{2} \cdot \sigma_3}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_4 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{H - H_4}{\sqrt{2} \cdot \sigma_4}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_5 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{H - H_5}{\sqrt{2} \cdot \sigma_5}\right) \quad (\text{Eq. 22})$$

I l'(Eq. 18) es reescriu:

$$f_1 + f_2 + f_3 + f_4 + f_5 = 1 \quad (\text{Eq. 23})$$

En el cas del mòdul d'elasticitat, a l'histograma s'observa una distribució bimodal, de tal forma que només es tindrà en compte dos models alhora de realitzar l'ajust, corresponent al comportament de cada fase. L'(Eq. 17) es reescriu de tal forma:

$$CDF = \frac{1}{2} \cdot f_1 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{E - E_1}{\sqrt{2} \cdot \sigma_1}\right) + \frac{1}{2} \cdot f_2 \cdot \operatorname{erf}\left(\frac{E - E_2}{\sqrt{2} \cdot \sigma_2}\right) \quad (\text{Eq. 24})$$

I (Eq. 18) quedarà de la següent forma:

$$f_1 + f_2 = 1 \quad (\text{Eq. 25})$$

Per cada propietat mecànica, a partir d'un procés iteratiu per realitzar l'ajust a cada corba, finalment es troba els valors buscats de duresa i mòdul elàstic per a cada fase (la duresa de l'austenita segons l'índex de Miller, la duresa de la ferrita i la duresa de la interfase) H_1, H_2, H_3, H_4 i H_5 i E_1 i E_2 , amb les seves respectives desviacions estàndard σ_i i les fraccions corresponents f_i per a cada propietat mecànica

Per últim, s'ha representat les funcions gaussianes (Eq. 16) per a cada model ajustant-les sobre l'histograma de duresa i mòdul elàstic. Ha sigut necessari trobar un valor mínim representat en el eix de les X (*bin size*) per tal de poder diferencia correctament les tres fases.

3.4. Deformació plàstica

3.4.1. Microscòpia de forces atòmiques (AFM)

La microscòpia de forces atòmiques (AFM, *Atomic Force Microscope*) és una tècnica de caracterització que genera imatges topogràfiques de superfícies a resolucions molt altes ^[35].

Aquesta tècnica es basa en el contacte mecànic entre una sonda (punta) i la superfície de la mostra que s'està observant. La punta escaneja la superfície de la mostra i va revelant tots els detalls superficials a escala subnanomètrica, gràcies a que la punta té dimensions nanomètriques ^[36].

En aquest estudi es volia obtenir algunes imatges mitjançant aquesta tècnica per tal de comprovar quina havia sigut la deformació plàstica en la superfície de la mostra degut a les nanoindentacions, però finalment, aquesta tècnica no es va dur a terme ja que amb les imatges de qualitat obtingudes amb la tècnica EBSD ja s'obtenia aquesta informació.

3.5. Anisotropia mecànica degut a l'orientació cristal·lina

Un cop finalitzada la caracterització mecànica, es procedeix a avaluar l'anisotropia mecànica degut a l'orientació cristal·lina. Per avaluar-la s'analitza la figura de pol invers (IPF) de la mostra realitzada mitjançant EBSD després de realitzar les indentacions, a partir de la qual es realitza una representació gràfica de la propietat mecànica envers al paràmetre d'orientació (OP, *Orientation Parameter*). El paràmetre d'orientació s'obté a partir de les dades de l'EBSD sobre la matriu d'indentacions, d'on s'exporten els paràmetres de l'orientació cristal·lina en forma d'angles d'Euler (φ_1 , Φ i φ_2) de cadascun dels grans indexats. Es descarten totes aquelles indentacions que afecten a diversos grans alhora o que es troben a prop d'un límit de gra, alhora es separen els resultats segons a quina fase pertany (austenita o ferrita).

El següent pas és passar els angles d'Euler exportats de graus a radians, amb els quals a partir de les equacions següents es determinen els índex de Miller (hkl) ^[37]:

$$h = a \cdot \sin \Phi \cdot \sin \varphi_2$$

$$k = a \cdot \sin \Phi \cdot \cos \varphi_2 \quad (\text{Eq. 26})$$

$$l = a \cdot \cos \Phi$$

On a és el paràmetre de xarxa, el qual el seu valor per a ferrita (BCC), $a = 2,87 \text{ \AA}$ i per a austenita (FCC), $a = 3,66 \text{ \AA}$ ^[38].

A partir dels índex de Miller, es pot calcular el paràmetre d'orientació amb **(Eq. 27)**, vàlida per estructures cristal·lines BCC i FCC. Amb aquest paràmetre es pot representar totes les orientacions possibles amb un sol valor que oscil·la entre 0 (pla (001)) i 1 (pla (111)) ^[34].

$$O.P. = 3 \cdot \frac{h^2 \cdot k^2 + k^2 \cdot l^2 + l^2 \cdot h^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (\text{Eq. 27})$$

4. RESULTATS I DISCUSIÓ

4.1. Caracterització microestructural

4.1.1. Difracció d'electrons retrodispersats (EBSD)

A continuació, es mostren els resultats obtinguts mitjançant la tècnica d'EBSD amb la qual s'ha obtingut les imatges de qualitat (IQ), el mapa de fases (PM), la figura de pol invers (IPF) i el mapa de desorientació cristal·lina del nucli (KAM). A partir d'aquestes s'ha pogut estudiar la morfologia dels grans de la mostra, així com la mida de gra de cadascuna de les fases, la seva textura i la densitat de dislocacions.

4.1.1.1. Imatge de qualitat, QI

En la **Figura 25**, gràcies a que s'ha realitzat un bon polit de la mostra, es pot observar amb claredat la microestructura de la regió d'estudi, així com la seva morfologia i el límit de gra. També es pot observar una distribució bimodal de la mida de gra de les partícules (gra fi i gra grans). Així mateix s'observa la presència de macles, tal i com s'explica més endavant en el apartat **4.1.1.2**, aquestes macles es troben en la fase austenita i es formen degut al recuit.

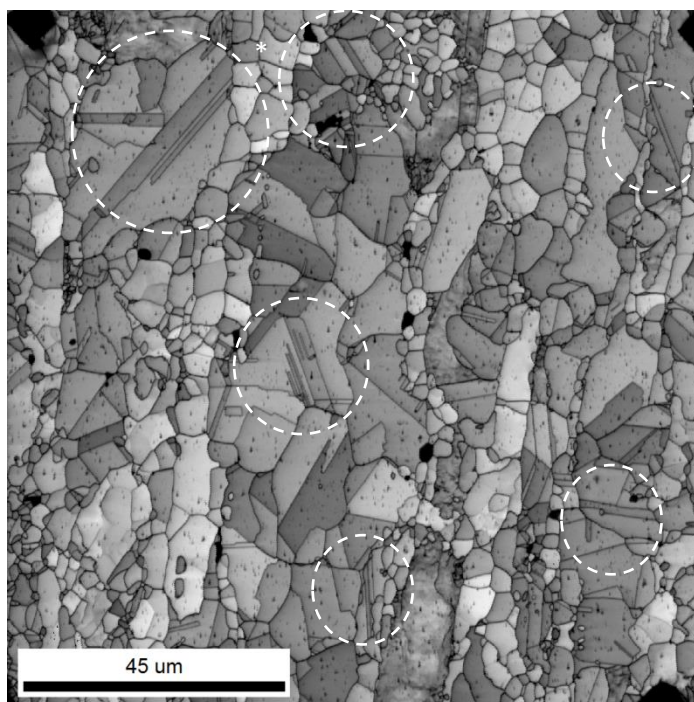


Figura 25. Imatge de qualitat (QI) de la mostra obtinguda per EBSD. (*) Macles

4.1.1.2. Mapa de fases, PM

En la **Figura 26**, es pot diferenciar i quantificar les dues fases presents, la fase austenita de color vermell i la ferrita de color verd. Tal i com s'observa, en l'àrea d'estudi, hi ha una fase que predomina sobre l'altra, l'austenita, la qual la proporció obtinguda és superior a la de la ferrita. Els valors obtinguts han sigut 61.5 per a l'austenita i 38,5% per a la ferrita.

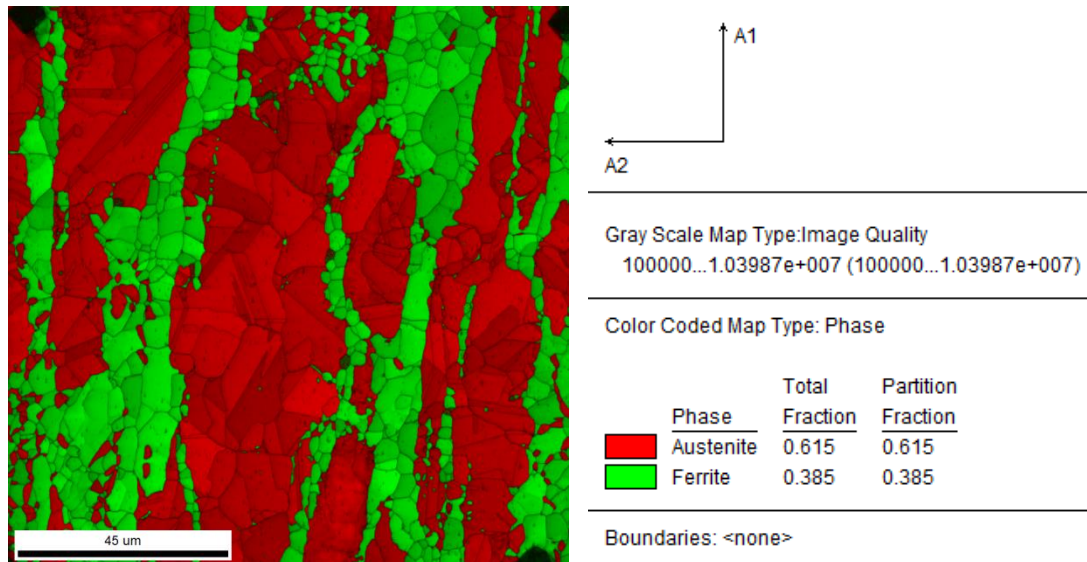


Figura 26. Imatge de fases superposada a la imatge de qualitat de la mostra obtinguda per EBSD.

Cal destacar que la distribució bimodal de la mida de gra observada en la **Figura 25**, s'observa per a cadascuna de les dues fases.

Per determinar els valors de la mida de gra de cada fase, s'ha dut a terme el tractament estadístic tal i com s'explica a l'**apartat 3.3.2.1**. S'ha representat la funció de distribució acumulativa (CDF) de la mida de gra per a cada una de les fases (veure **Figura 27**). S'ha dut a terme el procés iteratiu per tal d'ajustar la corba a (**Eq. 20**), el qual ha finalitzat amb el coeficient de determinació, $R^2 = 0,9995$. D'aquesta forma s'ha obtingut les dues mides de gra que responen al comportament bimodal per a cada fase, amb les seves respectives distribucions estàndard, aquest valors es troben a la **Taula 3**.

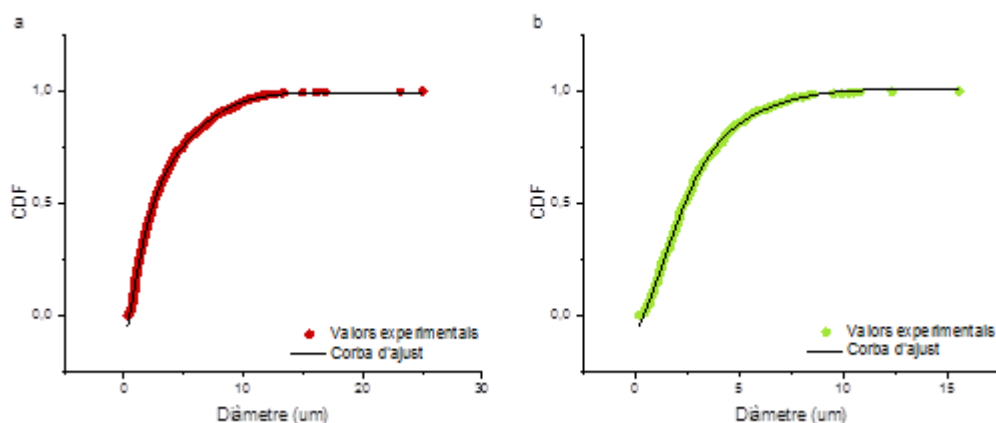


Figura 27. Representació gràfica de la funció de distribució acumulativa (CDF) envers a la mida de gra (a) per a la austenita (b) per a la ferrita.

Taula 3. Resultats experimentals de la mida de gra.

Fase	Mida de gra	Diàmetre experimental, d_i (μm)
Austenita (γ)	Gra fi	$1,40 \pm 1,30$
	Gra gran	$7,45 \pm 3,20$
Ferrita (α)	Gra fi	$1,97 \pm 1,80$
	Gra gran	$5,50 \pm 2,50$

Aquests valors es representen seguint la funció gaussiana (Eq. 16) sobre l'histograma representat amb els valors de mida de gra obtinguts durant l'assaig (Figura 28).

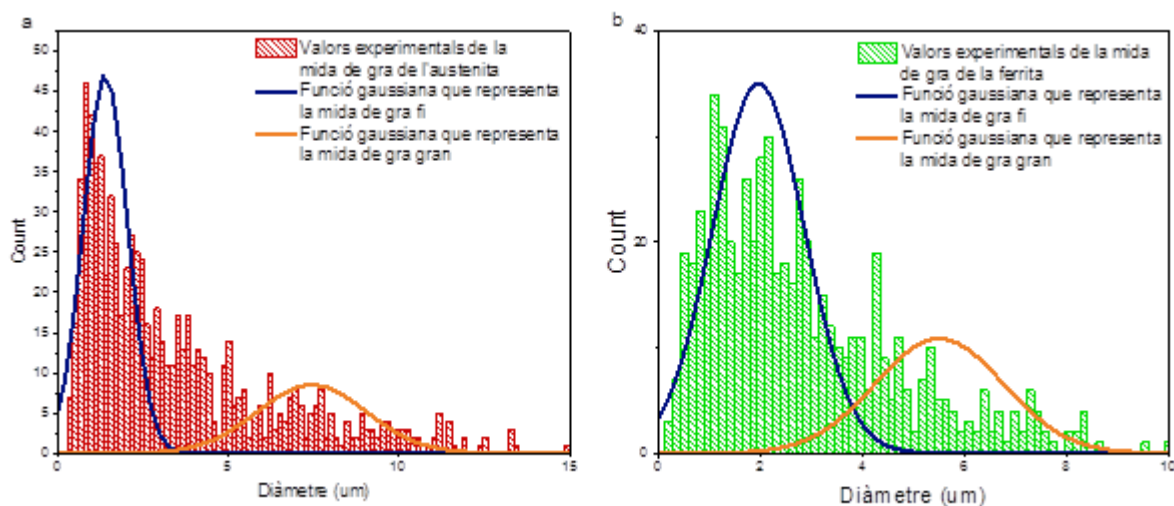


Figura 28. Histograma de la mida de gra amb les funcions gaussianes per a cada mida de gra per a cada fase (a) per a la austenita (b) per a la ferrita.

On es poden diferenciar clarament les dues mides de gra del comportament bimodal de cadascuna de les fases. Ha sigut necessari trobar un “bin size” adequat per diferenciar les dues mides de partícula per a cada una de les fases, en els dos histogrames $\text{bin size} = 0,15 \mu\text{m}$. Ja que agafant un “bin size” superior es podria concloure, de forma errònia, que la distribució és monomodal, quan de les imatges d’EBSD es pot observar que es bimodal. En la **Figura 29** es pot observar que agafant un $\text{bin size} = 1 \mu\text{m}$ (superior al utilitzat) es pot observar una distribució monomodal.

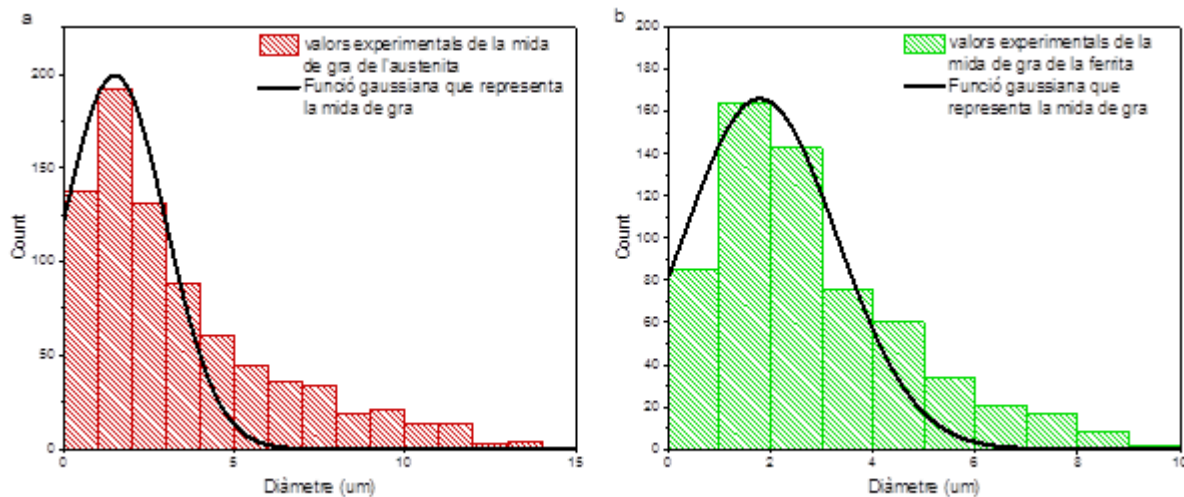


Figura 29. Histograma de la mida de gra amb la funció gaussiana (a) per a l'austenita (b) per a la ferrita.

A partir d'aquí, es pot concloure que per a obtenir bons resultats, és important relacionar el mètode estadístic per obtenir els valors amb les imatges obtingudes per EBSD. Ja que sense l'imatge EBSD es podria concloure que la mida de gra està descrita per una funció monomodal, quan en la imatge EBSD es veu que es descriu per una funció bimodal.

Per a determinar la profunditat màxima de indentació, s'ha calculat en base a la mida de gra obtinguda. Per a evitar interferències amb els grans i/o fases properes, la profunditat màxima ha de ser una setena part de la mida de gra de la partícula. La mida de gra que s'utilitza és la dels grans fins, ja que d'aquesta forma la profunditat obtinguda també serà vàlida per a mides de gra grans, en canvi, si s'utilitza la mida de gra gran, no serà vàlid per a mides de grans petits. A partir de la següent equació, s'obté la profunditat màxima d'indentació:

$$h_{\max} \leq \frac{d_{f(a)}}{7} \rightarrow h_{\max} = \frac{1,4}{7} = 0,2 \mu\text{m} = 200 \text{ nm} \quad (\text{Eq. 28})$$

On $d_{f(a)}$ és la mida de gra fi de la fase austenita, que és la mida més petita. Per això, les nanoindentacions s'han realitzat a 200 nm com a profunditat màxima d'indentació.

A més a més, en la **Figura 26** també es pot observar formació de macles únicament en la fase austenita. Com s'ha explicat a l'**apartat 2.2.2.4.2**, la deformació plàstica en alguns materials metàl·lics pot ser deguda a la formació de macles, és a dir, desplaçaments atòmics de tal forma que els àtoms d'un límit de gra són com imatges especulars dels àtoms de l'altre banda ^[4]. La explicació de la formació de macles únicament en la fase austenita, es degut a que les macles de recuit (macles generades durant tractaments tèrmics de recuit) són pròpies de les estructures cristal·lines FCC, com l'austenita. Mentre que en les fases BCC i HC són pròpies les macles mecàniques (macles generades per lliscaments atòmics produïdes al aplicar forces mecàniques cisallants).

En el cas de la mostra d'aquest estudi, les macles es deuen haver produït durant el recuit, per aquest motiu només s'observen en la fase austenita.

En la **Figura 26**, també es pot observar que les dues fases es troben alineades, indicant-nos així la direcció en la qual l'acer ha estat laminat.

4.1.1.3. Figura de pol invers, IPF

Tal i com es mostra a la **Figura 30**, si s'observa la figura de pol invers (IPF) es pot observar l'orientació cristal·lina de cadascun dels grans indexats en forma d'índex de Miller. S'observa juntament amb el mapa de fases (PM) per poder diferenciar a quina fase pertany cada gra, i obtenir l'orientació cristal·lina preferencial de cada fase.

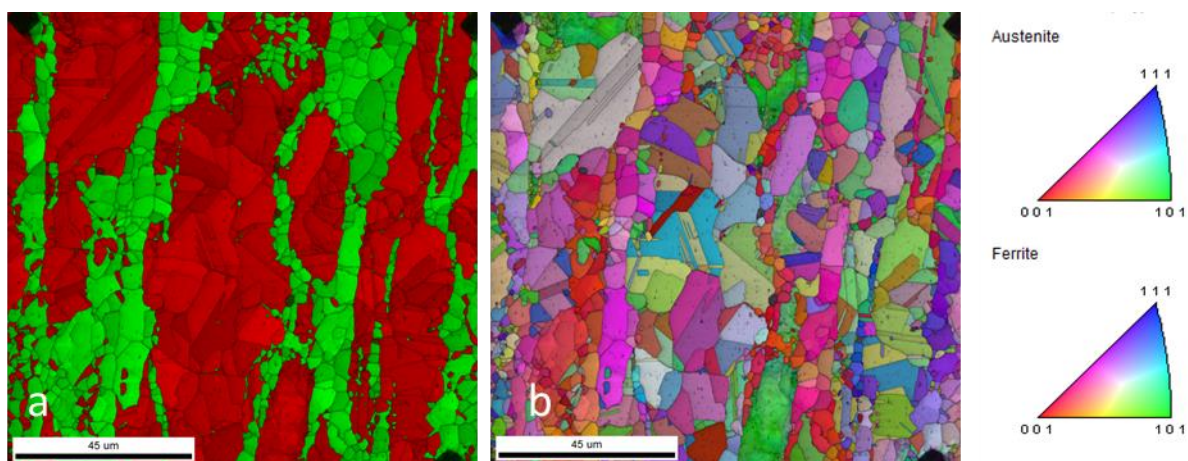


Figura 30. Imatges obtingudes per EBSD (a) Mapa de fases (b) Figura de pol invers.

Per una banda, en la fase ferrita, si que es pot observar uns tons de color predominant, i per tant s'observa una orientació cristal·logràfica preferencial, la qual s'anomena textura. Tal i com es veu en la **Figura 30**, en aquesta fase, predominen el tons vermells i roses, i tot i que encara també s'hi pot observar matisos de blau, sembla indicar que la seva orientació preferencial estarà en el pla {001}.

Per altre banda, en el cas de l'austenita, en la **Figura 30**, no veiem cap color predominant, i per tant sembla indicar que no apareix cap orientació preferencial.

Això és degut a la recristal·lització de la fase austenita produïda durant el recuit. Donada la recristal·lització apareixen noves orientacions cristal·lines que poden ser d'igual intensitat que les orientacions prèvies procedents de la laminació en calent. Per això, pot ser que després del recuit no aparegui cap orientació preferent.

En el cas de la ferrita, a diferència de l'austenita, durant el recuit, aquesta no presenta recristal·lització, sinò que presenta mecanismes de restauració. Durant aquest procés, els petits subgrans que es formen en el laminat en calent inicial, es reordenen i passen a formar grans més grans. Aquests grans conserven, després del recuit, les mateixes orientacions que després del laminat en calent. En estudis anteriors, s'ha demostrat que la orientació preferencial de la fase ferrita després del laminat en calent està en el pla $\{001\}$ ^[39]. En aquest TFG s'ha pogut observar que efectivament després del recuit, en la fase ferrita, la orientació preferencial no ha canviat i es troba en el pla $\{001\}$.

4.1.1.4. Mapa de desorientació mitjana de nucli, KAM

En la **Figura 31**, es pot veure on es troben dislocacions de la mostra, les quals estan marcades de color verd. Com es pot observar, abans de les indentacions, el material estudiat no presenta gaires dislocacions, i la gran majoria es localitzen als límits de gra.

Aquest material ha estat conformat mitjançant una laminació en calent seguit d'un recuit. Durant la laminació en calent el material es deforma degut a les forces de compressió exercides pels rodets, per tant, es creen tensions residuals i per defecte dislocacions. Durant el recuit s'alliberen aquestes tensions residuals. Durant el procés les dislocacions creades es mouren pels grans fins arribar al límit de gra, el qual les ancora, degut a que els límits de gra són punts de mínima energia, és a dir, estables. Per aquest motiu es troben les dislocacions en els límits de gra.

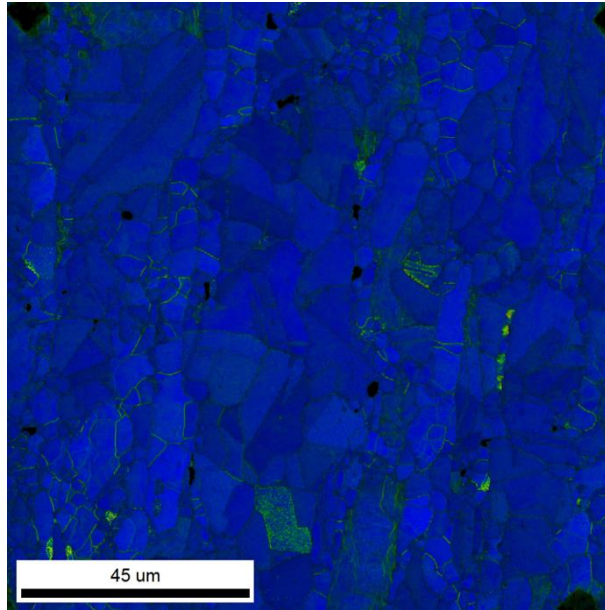


Figura 31. Mapa de desorientació mitjana del nucli (KAM) de la mostra obtinguda per EBSD abans de les indentacions.

4.2. Caracterització mecànica

4.2.1. Duresa

Per tal de determinar la duresa, s'ha dut a terme el tractament estadístic explicat en el **apartat 3.3.2.2**. Com en estudis anteriors s'ha realitzat aquest tractament degut a que els valors són suficientment diferents, es suposa que en aquest estudi també es pot realitzar. S'ha representat la funció de distribució acumulativa (CDF) en funció de la duresa (**Figura 32**).

Per tal d'ajustar la corba s'ha dut a terme el procés iteratiu mitjançant (**Eq. 22**), el qual ha finalitzat amb el coeficient de determinació, $R^2 = 0,998$. D'aquesta forma s'ha obtingut els valors de les cinc dureses H_1 , H_2 , H_3 , H_4 i H_5 amb les seves respectives distribucions estàndard σ_1 , σ_2 , σ_3 , σ_4 , i σ_5 , els quals els trobem a la **Taula 4**.

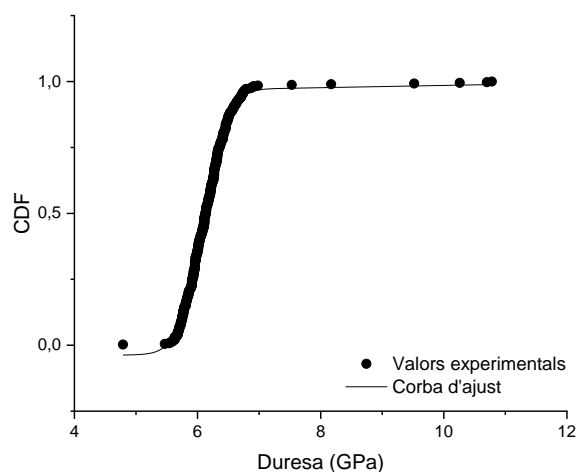


Figura 32. Representació gràfica de la funció de distribució acumulativa (CDF) envers a la duresa (H).

Taula 4. Resultats de dureses després del recuit.

Fase	Duresa, H_i (GPa)
Austenita (γ) {001}	$5,75 \pm 0,25$
Austenita (γ) {101}	$5,95 \pm 0,10$
Austenita (γ) {111}	$6,26 \pm 0,20$
Interfase austenita/ferrita (γ/α)	$6,47 \pm 0,15$
Ferrita (α)	$6,70 \pm 0,05$

Com es pot veure en la **Figura 32**, la corba no s'acaba d'ajustar correctament a l'inici i al final dels valors experimentals, això pot ser degut a que el nombre d'indentacions no és suficient per realitzar un bon ajust.

Aquests valors es representen seguint la funció gaussiana (**Eq. 16**) sobre l'histograma representat amb els valors de duresa obtinguts durant l'assaig (**Figura 33**).

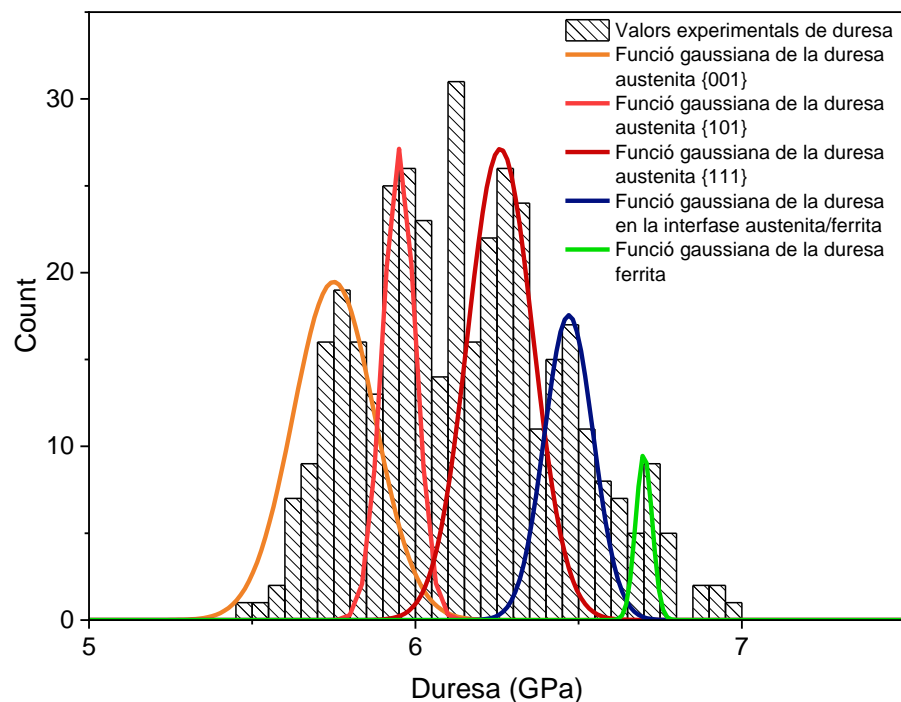


Figura 33. Histograma de la duresa amb les funcions gaussianes representades.

En la **Figura 33** es poden diferenciar clarament la duresa dels 5 models, l'austenita és la més tova i la ferrita la més dura. Entremig de les dues fases, es troba el valor de duresa de la interfase, que representa les indentacions que s'han realitzat entre una fase i l'altra, reportant els valors de duresa compresos entre la fase BCC i FCC. També es pot observar que pel que fa als tres valors de l'austenita el valor corresponent al pla {001} és el més tou, mentre que el {111} és el més dur, però tots tres amb valors inferiors a l'interfase.

Aquests valors de duresa són lleugerament superiors als obtinguts abans de la realització del recuit, els quals els trobem en la **Taula 5**, els quals els extraiem del treball anterior a aquest ^[39].

Taula 5. Resultats de les dureses abans del recuit ^[39].

Fase	Duresa, H_i (GPa)
Austenita (γ)	$5,26 \pm 0,25$
Interfase austenita/ferrita (γ/α)	$5,67 \pm 0,30$
Ferrita (α)	$6,15 \pm 0,18$

Tot i que la duresa pot ser deguda a la disposició de les dues fases en forma de làmines degut al procés de laminació, fent que el material es comporti com un compost ceràmic-metàl·lic i que les

fases s'endureixin l'una a l'altre mútuament, el que hauríem de veure és una disminució de la duresa respecte la duresa obtinguda abans del recuit. Això es contradiu amb els valors obtinguts, fet que es podria explicar degut a l'arrodoniment de la punta de l'indentador, la qual cosa provoca un disminució de la precisió del valor mesurat. Un altre factor que podria explicar l'error, és degut a que l'indentador utilitzat ha sigut l'XP, poder si s'hagués utilitzat el DCM hauríem obtinguts valors més concrets, ja que l'indentador DCM ens permet una major precisió. Una altre explicació es degut a que les dureses son properes i entren dins de la desviació estàndard, fet que pot induir a error.

Un altre factor a tenir en compte és que el camp de deformació plàstic és entre 7 i 10 vegades la profunditat d'indentació, i per tant en molts dels grans és just confinar el camp de deformació plàstic dins dels grans, ja que per al càlcul de la profunditat d'indentació es va utilitzar que era una setena part del camp de deformació plàstic. També la duresa es pot veure afectada pels grans que es troben superficialment inferior al gra estudiat, i per tant obtenir valors diferents. Per estudiar l'efecte dels grans inferiors als grans indentats s'utilitza la tècnica FIB, la qual està fora de l'àmbit d'un TFG.

4.2.2. Mòdul elàstic

Per tal de determinar el mòdul d'elasticitat, primerament, igual que amb la duresa, es suposa que es pot realitzar el tractament estadístic explicat en el **apartat 3.3.2.2** ja que en estudis anteriors s'ha demostrat que els valors són suficientment diferents. S'ha representat la funció de distribució acumulativa (CDF) en funció de la mòdul d'elasticitat (**Figura 34**). Per tal d'ajustar la corba s'ha dut a terme el procés iteratiu mitjançant (**Eq. 24**), el qual ha finalitzat amb el coeficient de determinació, $R^2 = 0,997$. D'aquesta forma s'ha obtingut els valors de les tres mòduls d'elasticitat E_1 , E_2 i E_3 amb les seves respectives distribucions estàndard σ_1 , σ_2 i σ_3 , els quals els trobem a la **Taula 6**.

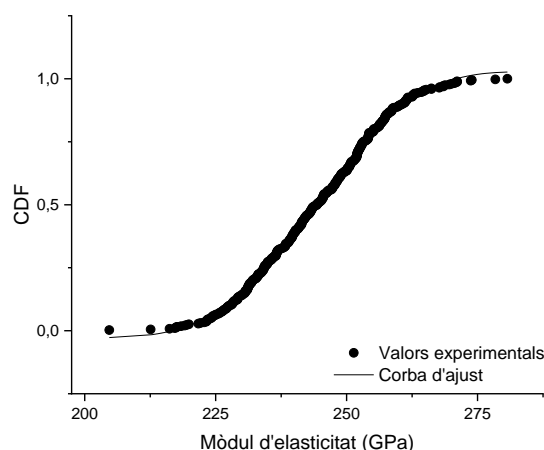


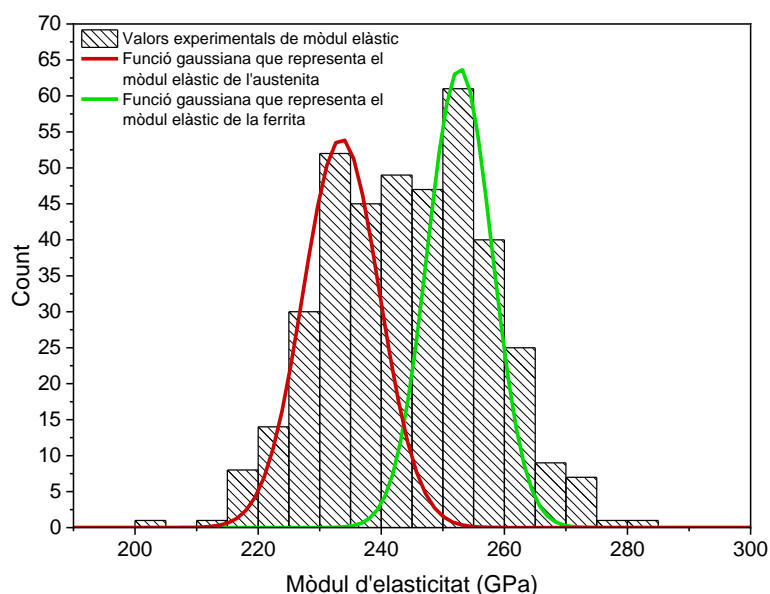
Figura 34. Representació gràfica de la funció de distribució acumulativa (CDF) envers al mòdul d'elasticitat (E).

Taula 6. Resultats del mòdul d'elasticitat de les fases.

Fase	Mòdul d'elasticitat, E (GPa)
Austenita (γ)	$233,5 \pm 12,4$
Ferrita (α)	$252,75 \pm 10,5$

Com es pot veure en la **Figura 34**, la corba no s'acaba d'ajustar correctament a l'inici i al final dels valors experimentals, això pot ser degut a que el nombre d'indentacions no és suficient per realitzar un bon ajust.

Aquests valors es representen seguint la funció gaussiana (**Eq. 16**) sobre l'histograma representat amb els valors del mòdul d'elasticitat obtinguts durant l'assaig (**Figura 35**).

**Figura 35.** Histograma del mòdul d'elasticitat amb les funcions gaussianes per a cada fase.

Si s'analitza els valors obtinguts s'observa que pel que fa el valor del mòdul elàstic de l'austenita és un valor molt similar als valors reportats habitualment en la bibliografia ^[34]. En canvi el valor del mòdul elàstic de la ferrita és superior als valors de la bibliografia, degut a que el camp de deformació elàstic és 20 vegades la profunditat d'indentació, i per tant, es conclou que la profunditat de penetració realitzada és molt gran, fet que fa que no es pugui confinar el camp de deformació elàstic dins del gra.

4.2.3. Dislocacions

Pel que fa a la densitat de dislocacions després de realitzar les nanoindentacions no ha variat gaire, encara que com es pot observar en la **Figura 36**, la majoria de les dislocacions es localitzen al límit de la empremta residual degut a que és el punt de contacte entre el indentador i el material. En la nanoindentació es genera un camp de tensions complex dins del material, produint zones de tracció i zones de compressió. Per aquest motiu, es poden activar sistemes de lliscament, com les dislocacions. Per això s'observa dislocacions en el punt de contacte del indentador i material, ja que aquest punt és un punt de deformació complex. Tanmateix, igual que en la **Figura 31**, també localitzem dislocacions en els límits de gra, donat que són punts on s'ancoren les dislocacions, ja que són punts de mínima energia.

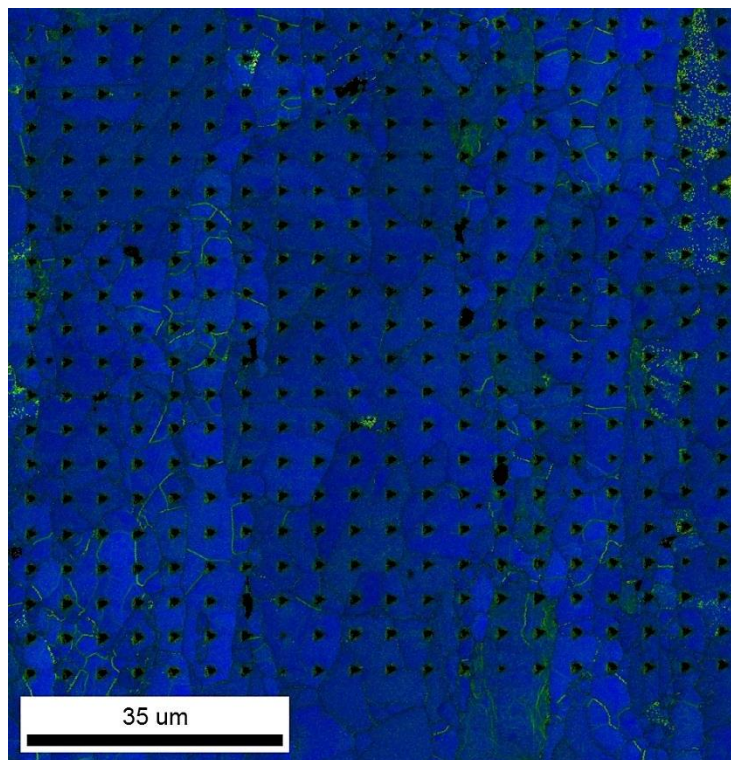


Figura 36. Mapa de desorientació mitjana del nucli (KAM) de la mostra obtinguda per EBSD després de les indentacions.

En la **Figura 37** (on es veu la **Figura 36** a més auments), com ja s'ha dit, s'observa les dislocacions tant al límit de la empremta, com en el límit de gra. També s'observen zones més fosques al voltant de l'empremta, degut a l'efecte d'apilament produït durant el procés d'indentació.

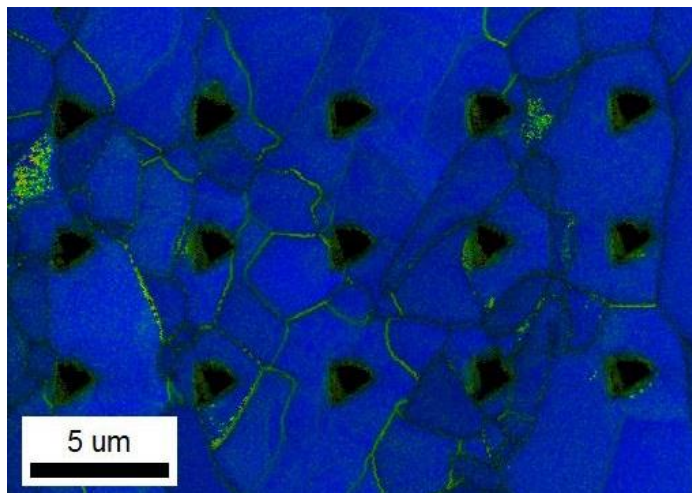


Figura 37. Mapa de desorientació mitjana del nucli (KAM) de la mostra obtinguda per EBSD després de les indentacions (a menor escala).

4.2.4. Anisotropia mecànica degut a l'orientació cristal·lina

A partir de la figura de pol invers (IPF) realitzada mitjançant EBSD després de les indentacions s'analitza la influència de l'orientació cristal·lina sobre les propietats mecàniques. Tal i com s'explica en l'**apartat 3.5**, només s'han tingut en compte aquelles indentacions que pertanyen clarament a un mateix gra i aquest amb una orientació cristal·lina molt definida. Els grans seleccionats es mostren en la **Figura 38**, on els grans indexats amb una circumferència pertanyen a la fase austenita mentre els grans indexats amb un triangle pertanyen a la ferrita.

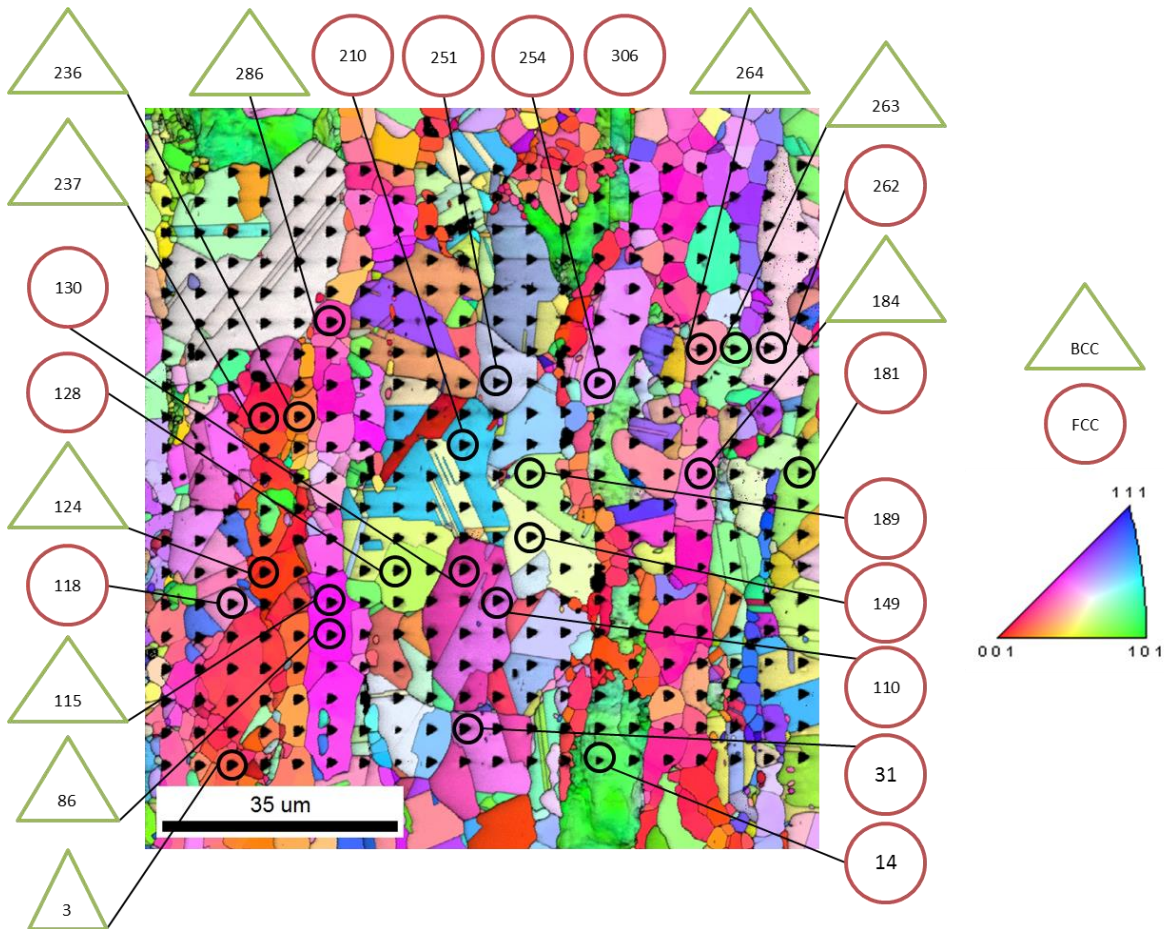


Figura 38. Indentacions seleccionades per l'estudi de l'anisotropia degut a l'orientació cristal·lina.

Tan sols s'ha pogut avaluar la duresa, ja que el mòdul elàstic no es pot avaluar en funció de l'orientació cristal·lina degut a que amb la profunditat d'indentació realitzada, el camp de deformació elàstic no s'ha pogut confinar dins del gra. Per poder-ho realitzar, s'hauria de treure l'afectació del gra veí mitjançant models.

Mitjançant el procés explicat a l'**apartat 3.5**, s'obté la representació gràfica de la duresa envers el paràmetre d'orientació (**Figura 39**). En la **Figura 39** es mostra l'evolució de la duresa amb l'orientació cristal·lina. On el paràmetre d'orientació serà 0 si és el pla (001) i 1 en el (111).

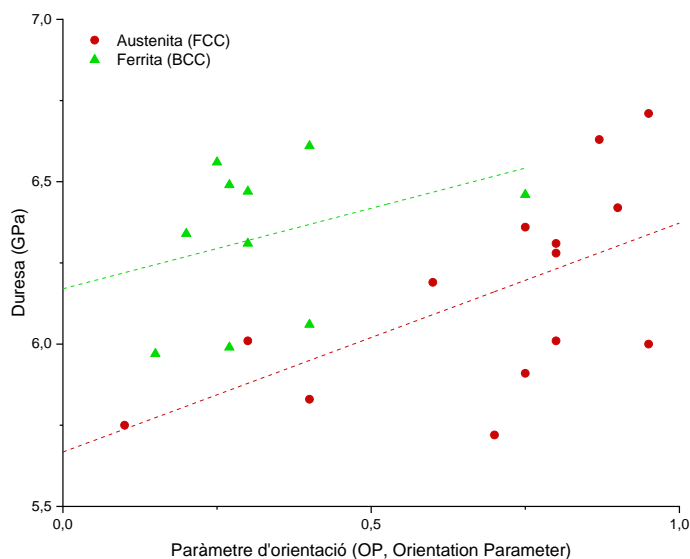


Figura 39. Representació gràfica de la duresa envers al paràmetre d'orientació, OP.

Com es pot veure, s'aprecia un l'efecte de l'orientació cristal·lina sobre la duresa. S'observa una relació lineal creixent de la duresa envers el paràmetre d'orientació, demostrant que aquest material té un comportament anisotròpic.

També es pot observar que la duresa de la ferrita és superior a la duresa de l'austenita, el mateix resultat que l'obtingut mitjançant el mètode estadístic. Tot i així sembla que la duresa austenítica {111} és semblant a la duresa ferrítica, i això es contradiu amb els valors reportats. Aquest fet es pot explicar degut a que els punts agafats per realitzar l'estudi de l'efecte de l'orientació cristal·lina en la duresa representen un percentatge molt baix respecte totes les indentacions realitzades. Aquest fet també es pot explicar degut a que els valors de duresa són propers i amb les desviacions estàndard es poden solapar. Tot i així aquest gràfic es realitza per demostrar l'efecte de l'orientació cristal·lina en la duresa, i no obtenir valors de duresa. Per tant, amb els valors agafats es demostra que aquest material és anisòtrop degut a l'orientació cristal·lina.

Anàlisi de l'impacte ambiental

En aquest apartat es pretén avaluar l'impacte ambiental derivat de la realització d'aquest TFG, per això es realitza un estudi de l'energia i material utilitzat i el tractament de residus generat.

Pel que fa a l'estudi de l'energia utilitzada, els factors causants de l'impacte mediambiental són: l'energia dels equips utilitzats, les emissions que suposa l'obtenció d'aquesta energia i les emissions que emeten els equips al ser utilitzats. Els equips utilitzats en aquest treball són: l'embotidora, la polidora, el nanoindentador, l'equip per realitzar la tècnica EBSD i l'ordinador, el qual s'ha utilitzat per obtenir i analitzar els resultats.

En el cas de l'estudi del material utilitzat, l'impacte ambiental es degut a l'energia consumida i les emissions generades per la seva obtenció, per la fabricació de la mostra i pel transport de la mateixa. Destacar que les emissions generades pel transport provenen del viatge des de de l'empresa on s'ha fabricat la mostra (en aquest cas Bèlgica) com els viatges que ha realitzat la mostra a Alemanya per poder realitzar la tècnica EBSD.

Per últim, pel que fa al tractament dels residus el factor més important a tenir en compte és la contaminació de l'aigua per partícules d'acer, baquelita, suspensió de diamant i acetona utilitzats en el procés de polir.

L'impacte ambiental que ha produït la realització d'aquest treball ha estat molt reduït, ja que en el cas del consum energètic o les emissions generades són insignificants si es compara amb altres consums energètics en processos industrials o emissions produïdes en el sector industrial. Pel que fa a les emissions generades pel transport, també s'ha de tenir en compte que la mostra estudiada no s'ha transportat sola, i per tant les emissions generades s'han aprofitat pel transport d'altres mercaderies. Finalment, el tractament de residus, s'ha de tenir en compte que els laboratoris disposen de mitjans de tractament de residus, i la quantitat de contaminants que s'ha generat és pot considerar menyspreable si es te en compte que només s'ha tractat una mostra i la quantitat de material que desprèn és mínima.

Conclusions

En aquest TFG s'ha analitzat l'efecte del laminat en l'anisotropia dels acers inoxidable dúplex mitjançant assaigs micromètrics, del qual se n'ha pogut extreure diverses conclusions.

Realitzar una correcta preparació metal·logràfica, la qual cosa formava part dels objectius, resulta molt important per tal d'obtenir resultats de qualitat mitjançant la tècnica EBSD, amb els quals es podrà caracteritzar la mostra microestructuralment i mecànicament.

Gràcies a la tècnica EBSD s'ha pogut caracteritzar microestructuralment la mostra. L'acer estudiat presenta una estructura bifàsica formada per ferrita i austenita, mostrant una distribució bimodal de la mida de gra per a cada una de les fases, amb mides de gra molt fi ($1 - 2 \mu\text{m}$) i d'altres molt més grans ($5 - 7 \mu\text{m}$).

Amb la figura inversa de pols (IPF) s'ha pogut demostrar la presència d'una textura per a la fase ferrita, on la majoria dels grans es troben orientats segons el pla $\{001\}$, la mateixa orientació preferencial que la observada abans del recuit, degut al mecanisme de restauració produït en la fase ferrita durant aquest tractament tèrmic, el qual no canvia les orientacions cristal·lines dels grans. Pel que fa a l'austenita no s'ha observat cap orientació preferencial degut a que la recristal·lització d'aquesta fase durant el recuit, dona noves orientacions cristallines d'igual intensitat que les que es mostraven abans del tractament tèrmic.

També s'han pogut observar la presència de macles en la fase austenita, produïdes durant el tractament tèrmic de recuit en el procés de fabricació, aquestes macles són pròpies del d'estructures cristal·lines FCC.

El mètode estadístic facilita els resultats sense haver de recórrer a l'observació de les empremtes residuals, tot i això és necessari realitzar-ho conjuntament amb l'anàlisi dels resultats obtinguts per EBSD, ja que la una sense l'altre podrien induir resultats erronis, tant per el càlcul de dureses, mòduls elàstic i la mida de gra de les dues fases. Amb els resultats del EBSD s'ha utilitzat un "bin size" adequat per realitzar un bon tractament estadístic per obtenir resultats coherents.

Els valors de duresa obtinguts són superiors als valors obtinguts abans del recuit, fet que es contradiu amb els resultats que s'haurien d'observar, això es pot explicar degut a l'efecte de la mida d'indentació, en el qual, la deformació plàstica del material en alguns grans ha estat al límit per a confinar-la dins del gra. Un altre factor a tenir en compte és que s'ha realitzat amb un indentador XP, el qual és menys precís que un DCM, i es possible que la punta s'hagi arrodonit.

Els valors de mòdul elàstic en el cas de l'austenita han sigut molt similars als de la bibliografia, mentre que en el cas de la ferrita han estat molt superiors. L'explicació recau en que no s'ha pogut confinar el camp de deformació elàstic dins del gra, degut a que aquest és 20 vegades la profunditat d'indentació, i els valors es veuen afectats pels grans veïns.

Remarcar la importància de realitzar un major número d'indentacions per a poder realitzar un correcte ajust dels valors experimentals tant en l'estudi de la duresa com en el mòdul elàstic.

S'ha pogut observar que la densitat de dislocacions es troben en el límit de gra i en el límit de la empremta residual degut a que aquest punt és un punt de deformació complex.

Finalment la duresa de les dues fases presents presenta un comportament anisòtrop, ja que s'ha pogut apreciar l'efecte de l'orientació cristal·lina en la duresa, la qual augmenta a mesura que els grans s'orienten en la direcció {111}. El mòdul elàstic no s'ha pogut avaluar degut a que la profunditat de penetració utilitzat no s'ha confinat el camp de deformació elàstic dins del gra i s'hauria d'eliminar l'efecte del gra veí mitjançant models.

Pressupost i/o Anàlisi Econòmica

En aquest apartat es pretén fer un pressupost amb tots els costos derivat de la realització d'aquest Treball de Final de Grau (TFG). Per a la realització d'aquest s'han desglossat els costos en els diferents subapartats, com ara el cost del material, el cost d'utilització dels equips emprats i el cost del personal.

El pressupost desglossat es troba en la taula següent:

Taula 7. Pressupost econòmic del Treball de Final de Grau (TFG)

	Concepte	Preu	Quantitat	Cost
Material usat	Mostra d'acer	-	-	-
	Resina fenòlica	0,005 Kg	0,3 €/Kg	0,00 €
	Draps de polir	30 €/unitat	4 unitats	120,00 €
	Suspensió de diamant	0,2 L	200 €/L	40,00 €
	OPAN (solució neutre d'alúmina de 0,04 µm)	0,05 L	50 €/L	2,50 €
	Tritón	0,1 L	10 €/L	1,00 €
	Esponja	1 unitat	1,5 €/unitat	1,50 €
Subtotal				165,00 €
Màquines usades i transport	Embotidora	10 €/h	8 min	1,30 €
	Polidora	10 €/h	4 h	40,00 €
	EBSD	18 €/h	40 h	720,00 €
	Nanoindentador	40 €/h	75 h	3.000,00 €
	Transport	2,49 €/trajecte	4 trajectes	9,96 €
Subtotal				3.771,26 €
Personal	Projectista	550 h	30 €/h	16.500,00 €
	Tècnics especialitzats	5 h	40 €/h	200,00 €
	Directors de projecte	100 h	60 €/h	6.000,00 €
Subtotal				22.700,00 €
Total				26.636,26 €
IVA (21%)				5.593,61 €
Total (IVA inclòs)				32.229,88 €

Bibliografia

- [1] William D. Callister, Jr, Introducció a la Ciència e Ingenieria de los Materiales, Editorial Reverté, Edició en espanyol.
- [2] Isotropía y Anisotropía. [Consulta: 30 d'agost del 2018]. Disponible a: <<https://fisicoquimica601.wordpress.com/2014/01/15/propiedades-de-los-compuestos-covalentes-y-moleculares/>>.
- [3] Michael F Ashby, David R H Jones, Engineering Materials 2. An Introduction to Microestructures, Processing and Design, Elsevier, Tercera edició (2006).
- [4] Aliatges fèrrics. [Consulta: 30 d'agost del 2018]. Disponible a: <<https://tecnologiaisostenibilitat.cus.upc.edu/continguts/materials/2.-materials-metalb7lics/2.1-aliatges-ferrics>>.
- [5] Acers inoxidables ACERINOX. [Consulta: 5 de setembre del 2018]. Disponible a: <<https://www.acerinox.com/es/productos/tipos-de-acero-00001/>>.
- [6] Walter Surface Technologies, Passivation. [Consulta: 30 d'agost del 2018]. Disponible a: <<https://www.walter.com/surfox/passivation>>.
- [7] Carles Riba Romeva, Selección de materiales en el diseño de màquines, Edicions UPC, Primera edició (2008).
- [8] Influència de la fase sigma en la resistència a la corrosió dels acers inoxidables dúplex laminats en calent. [Consulta: 31 d'agost del 2018]. Disponible a: <<https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/3186/41779-1.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>.
- [9] G. Fargas, M. Anglada, A. Mateo, Influencia de las fases intermetálicas en la conformación de los aceros inoxidables dúplex, Article (2002).
- [10] Duplex Stainless steel. [Consulta: 5 de setembre del 2018]. Disponible a: <<https://www.imoa.info/molybdenum-uses/molybdenum-grade-stainless-steels/duplex-stainless-steel.php>>.

- [11] International Stainless Steel, History. [Consulta: 30 d'agost del 2018]. Disponible a: <http://www.worldstainless.org/what_is_stainless_steel/history> .
- [12] Penn Stainless Production. [Consulta: 30 d'agost del 2018]. Disponible a: <<https://www.pennstainless.com/blog/2012/08/the-history-of-duplex-stainless-steel/>>
- [13] G.Fargas, Mejora en el Proceso de Producción de los Aceros Inoxidables Dúplex, Tesis Doctoral (2006).
- [14] M.P. Rodríguez, J.F. Almagro, J. Botella, P. Valerga, Cinéticas de transformación de fases a 850°C de aceros inoxidables dúplex clásicos (2205 y 2507) y de uno nuevo de bajo contenido en níquel y alto en magnesio (DBNi), Artículo (2004).
- [15] Defectos lineales: Dislocaciones. [Consulta: 31 d'agost del 2018]. Disponible a: <<http://bibing.us.es/proyectos/abreproy/4691/fichero/Volumen+I%252F2-Defectos+lineales+Dislocaciones.pdf>> .
- [16] Montserrat Cruells, Núria Llorca, Pere Molera, Antoni Roca, Joan Viñals, Ciència dels materials, Publicacions i edicions de la Universitat de Barcelona, Segona edició, (2011).
- [17] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elàstic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of materials research, volume 7, (1992) pp. 1564-1583.
- [18] W.C. Oliver, G.M. Pharr, Measurement of hardness and elàstic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, Journal of materials research, Volume 19, (2004) pp. 3-20.
- [19] MechAction, Inc. Expertise in nanomechanical Testing. [Consulta: 9 de setembre del 2018]. Disponible a: <<https://www.mechaction.com/nanoindentation>>
- [20] G. Constantinides, K.S. Ravi Chandran, F.J. Ulm, K.J. Van Vliet, Gird indentation analysis of composite microestructure and mechanics: Principles and validation, Material Science and Engineering A 430, (2006) pp. 189-202.

- [21] J.J. Roa, E. Jiménez-Piqué, J.M. Tarragó, M. Zivcec, C. Broekmann, L. Llanes, Berkovich nanoindentation and deformation mechanisms in a hard metal binder-like cobalt alloy, *Material Science and Engineering A* 621 (2015) pp. 128-132.
- [22] J.J. Roa, E. Jimenez-Pique, C. Verge, J.M Tarragó, A. Mateo, J. Fair, L. Llanes, Intrinsic hardness of constitutive phases in WC-Co composites: Nanoindentation testing, statistical analysis, WC Crystal orientation effects and flow stress for the constrained metallic binder, *Journal of the European Ceramic Society* 35 (2015) pp. 3419-3425.
- [23] J.J. Roa, E. Jiménez-Piqué, J.M. Tarragó, D.A. Sandoval, A. Mateo, J. Fair, L. Llanes, Hall-Petch strengthening of the constrained metallic binder in WC-Co cemented carbides: Experimental assessment by means of massive nanoindentation and statistical analysis. *Material Science and Engineering: A*, Vol.676 (2016) pp. 487-491.
- [24] J.J. Roa, G.Fargas, E. Jiménez-Piqué, Dependence of nanoindentation hardness with crystallographic orientation of austenite grains in metastable stainless steel. *Materials Science and Engineering: Vol. A* 645 (2015) pp. 188-195.
- [25] Franz-Josef Ulm, Matthieu Vandamme, Chris Bobko, J. Alberto Ortega, Kuangshin Tai, Christine Ortiz, Statistical Indentation Techniques for Hydrated Nanocomposites: Concrete, Bone and Shale, *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 90, Issue 9, (2007).
- [26] J. Coello, V. Miguel, A. Calatayud, C.Ferrer, A. Martínez, Caracterización mediante la técnica EBSD de la deformación de chapa de acero inoxidable AISI 304 DDQ bajo tensiones multiaxiales típicas de la embutición, *Revista de metalurgia*, 45 (5), (2009) ISSN:0034-8570.
- [27] Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD, Electron Back-Scattering Diffraction). [Consulta: 12 de setembre del 2018]. Disponible a <<https://dialnet.unirioja.es/descarga/articulo/3638815.pdf>>.
- [28] OXFORD INSTRUMENTS. EBSD. [Consulta: 12 de setembre del 2018]. Disponible a <<http://www.ebsd.com/>>.

- [29] Caracterización microestructura por medio de SEM-EBSD de Bi2212 en forma de bloque y material compuesto. [Consulta: 13 de setembre del 2018]. Disponible a <<https://core.ac.uk/download/pdf/29405306.pdf>>.
- [30] OXFORD INSTRUMENTS. Visualització de microestructures a SEM. [Consulta: 13 de setembre del 2018]. Disponible a <<http://www.ebsd.com/solving-problems-with-ebsd/microstructure-visualization-in-sem>>.
- [31] Caracterización de una aleación de níquel tipo INCONEL mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados EBSD. [Consulta: 15 de setembre del 2018]. Disponible a <<http://repositorio.upct.es/bitstream/handle/10317/4991/tfg597.pdf?sequence=1>>.
- [32] Caracterització microestructural i mecànica de multicapes base zircònia per impressió 3D. [Consulta: 15 de setembre del 2018]. Disponible a: <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2117/82857/01_TFG.pdf>.
- [33] Estudio del efecto de tamaño en nanoindentación. [Consulta: 17 de setembre del 2018]. Disponible a <<https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099.1/4784/estudio%20del%20efecto%20de%20tamanio%20en%20nanoindentacion.pdf>>.
- [34] J.J. Roa, G. Fargas, A. Mateo, E. Jiménez-Piqué, Dependence of nanoindentation hardness with crystallographic orientation of austenite grains in metastable stainless steels, Materials Science – Engineering A 645 (2015) pp. 188-195.
- [35] María Eugenia Herrera López, Eduardo Hurtado Delgado, David Torres Torres, Ana María Arizmendi Morquecho, Identificación de Fases y Precipitados por MFA en Uniones de Acero Inoxidable Dúplex, Soldagem & Inspeção (2016) pp. 237-250.
- [36] Microscopía de Fuerzas Atómicas. [Consulta: 19 de setembre del 2018]. Disponible a <https://www.researchgate.net/publication/271133769_Microscopia_de_Fuerzas_Atomicas>.
- [37] Representation of Orientation. [Consulta: 26 de setembre del 2018]. Disponible a <[http://engineering.snu.ac.kr/lecture/texture&anisotropy/Texture%20&%20Anisotropy%2010\(Representation\).pdf](http://engineering.snu.ac.kr/lecture/texture&anisotropy/Texture%20&%20Anisotropy%2010(Representation).pdf)>.

- [38] J. Michalska, B. Chimela, Phase analysis in dúplex stainless steel: comparsion of EBSD and quantitative metallography metods, IOP Conference Series Materials Science and Engineering 55 (1) (2014).
- [39] Xavier Gil, Caracterització de l'anisotropia dels acers inoxidables dúplex mitjançant assaig micromecànics, Treball de final de grau, (2017).